



**Universidade do Minho**  
**Escola de Engenharia**  
**Departamento de Engenharia de Polímeros**

Tese de mestrado em Projecto e fabrico de moldes

# *Moldes protótipos para a produção de peças em RIM*

Marta Flora Araújo Silva

Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho

**Orientador:** Doutor António Pontes (Universidade do Minho)

**Orientador:** Doutor Paulo Jorge Bártolo (Instituto Politécnico de Leiria)

Guimarães, Maio de 2008

Aos meus pais, irmãos,  
Sobrinhos e ao Bruno

---

## Agradecimentos

Ao longo da execução deste projecto, foram várias as pessoas que contribuíram de uma forma ou de outra para a sua realização. Sendo assim, desejo colocar aqui o meu profundo agradecimento:

Ao **Doutor António Pontes**, orientador deste trabalho em nome da Universidade do Minho, por toda a sua colaboração, disponibilidade, apoio e aconselhamento.

Ao **Doutor António Pousada e Doutor António Brito** da Universidade do Minho por toda a sua disponibilidade

Ao Departamento de Mecânica do Instituto Politécnico de Leiria, nomeadamente ao **Doutor Paulo Bártolo, ao Eng. Artur Mateus, ao Mota** pelo seu acolhimento e colaboração.

Ao **Sr. Manuel**, do Departamento de Polímero da Universidade do Minho, pela sua disponibilidade e atenção.

A todos os meus colegas de trabalho do Departamento de Polímeros da Universidade do Minho, nomeadamente, à **Cristina Gomes, à Patrícia Alves, à Cristina Teixeira, à Fátima Ferreira** por toda a sua colaboração e apoio nos momentos menos bons.

Queria demonstrar um especial apreço a todos os meus colegas de mestrado, pelo bom companheirismo, espírito de entreajuda e apoio durante toda a parte lectiva deste mestrado.

Toda a minha **família** e ao **Bruno** pelo apoio constante, compressão e paciência que demonstraram ao longo deste trabalho.

A todos que foram aqui referidos, e a outros que porventura não mencionei, mas que também contribuíram para a realização deste projecto, um grande bem hajam.

Agradeço também o apoio financeiro dado pelo projecto PerRIM e pela FCT – Fundação da ciência e tecnologia, através do programa POCTI e FEDER.

---

# Moldes protótipos para a produção de peças em RIM

## Resumo

O presente relatório reporta a tese de mestrado, desenvolvida no âmbito do mestrado em Projecto e Fabrico de Moldes do Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho e tem como estudo central o desenvolvimento de moldes protótipos para a produção de peças em RIM.

O tema da referida tese está não só relacionado com o mestrado em questão mas também surge no âmbito do desenvolvimento do projecto PerRIM. O projecto PerRIM é uma parceria entre o Departamento de Engenharia Mecânica do Instituto Politécnico de Leiria e o Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho e tem como objectivo central a avaliação do desempenho de produtos moldados pelo processo de moldação com reacção.

Ao longo deste relatório irá ser feita uma descrição das várias tarefas essenciais para a conclusão da tese.

Inicialmente será feita uma descrição teórica aprofundada acerca dos poliuretanos, do seu principal processo de transformação RIM (Reaction Injection Moulding) e sobre as principais técnicas e regras de fabrico de moldes para RIM.

De seguida será apresentado o estudo realizado no software de simulação de enchimento das peças, o Moldflow, no módulo de simulação *Reactive Moulding*.

Posteriormente irá ser apresentada a parte experimental deste trabalho, passando pelo processo de fabrico dos moldes, processo de produção das peças e condições de processamento, e por fim serão descritos os ensaios mecânicos e respectivas conclusões.



---

## **Prototypes moulds for the production of pieces in RIM**

### **Summary**

The present report describe the work done during master degree in Project and Manufacturing of Moulds of the Department of Polymer Engineering of the University of Minho and has the central study on the development of moulds prototypes for the production of parts in RIM.

The subject of the referred master is not only related with the master's degree but also appears in the scope of the development of the project PerRIM. The project PerRIM is a partnership between the Department of Mechanical Engineering of the Polytechnic Institute of Leiria and the Department of Polymer Engineering of University of Minho and has as central objective the performance of products moulded by RIM.

Along this report it will be made a description of several essential tasks for the conclusion of the Master.

Initially it will be made a theoretical description concerning the polyurethanes, of his main process of transformation RIM (Reaction Injection Moulding) and on the main techniques and rules of manufacture of moulds for RIM.

Following, will be analysed the study made with the software the simulation of flow, Moldflow, in the module Reactive Moulding.

Late, the experimental part of this work will be presented. The process of manufacture of the moulds, process of production of the pieces and processing conditions, and finally the mechanical tests and respective conclusions will be described.

# Índice

<b>1. PRODUÇÃO DE PROTÓTIPOS EM POLIURETANO .....</b>	<b>1</b>
1.1. INTRODUÇÃO .....	1
1.2. PROPRIEDADES DOS POLIURETANOS .....	3
1.3. APLICAÇÕES .....	7
1.4. QUÍMICA DOS POLIURETANOS .....	8
1.4.1. <i>Poliol</i> .....	10
1.4.2. <i>Isocianato</i> .....	11
1.4.3. <i>Aditivos</i> .....	14
1.4.3.1. Catalisadores .....	14
1.4.3.2. Extensores da cadeia .....	14
1.4.3.3. Agentes de insuflação .....	14
1.4.3.4. Retardadores de chama .....	15
1.4.3.5. Pigmentos .....	15
1.4.3.6. Cargas .....	15
1.4.3.7. Colorantes .....	15
1.5. PROCESSO DE CURA .....	16
1.5.1. <i>Taxa de reacção</i> .....	17
<b>2. PROCESSO RIM (REACTION INJECTION MOULDING) .....</b>	<b>19</b>
2.1. CARACTERIZAÇÃO DO PROCESSO .....	20
2.2. MÁQUINA RIM .....	23
<b>3. MOLDES PARA RIM .....</b>	<b>27</b>
3.1. MATERIAIS PARA MOLDES .....	28
3.2. TÉCNICAS DE FABRICO .....	29
3.2.1. <i>Técnicas utilizadas para o fabrico de moldes para RIM</i> .....	33
o <i>Maquinação de blocos</i> .....	33
3.3. REGRAS DE CONSTRUÇÃO .....	36
3.3.1. <i>Tamanho da peça</i> .....	36
3.3.2. <i>Tolerâncias dimensionais e contracção</i> .....	37
3.3.3. <i>Cabeça de mistura</i> .....	37
3.3.4. <i>Misturador (aftermixer)</i> .....	38
3.3.5. <i>Ataque</i> .....	38
3.3.6. <i>Linha de partição</i> .....	40
3.3.7. <i>Sistema de escape de gases</i> .....	41
3.3.8. <i>Enchimento do molde</i> .....	42
3.3.9. <i>Sistema de refrigeração</i> .....	42
3.3.10. <i>Cavidade</i> .....	43
3.4. DETERMINAÇÃO DE CUSTOS .....	44
<b>4. SIMULAÇÃO DE ENCHIMENTO .....</b>	<b>45</b>
4.1. TAREFAS ESSENCIAIS PARA A ANÁLISE .....	46
<b>5. TRABALHO EXPERIMENTAL .....</b>	<b>53</b>
5.1. MATERIAL DA MOLDAÇÃO .....	53
5.2. MOLDAÇÃO .....	54
5.3. MATERIAIS MOLDES .....	55
5.3.1. <i>Molde em alumínio</i> .....	55
5.3.2. <i>Moldes em PU</i> .....	56
5.3.3. <i>Molde em resinas com grafite</i> .....	58
5.3.4. <i>Molde em silicone</i> .....	60
5.4. MOLDES .....	61
5.5. TÉCNICAS DE FABRICO DOS MOLDES .....	64
5.6. SIMULAÇÃO .....	65
5.7. PRODUÇÃO DAS MOLDAÇÕES .....	67
5.7.1. <i>Processo</i> .....	67
5.7.2. <i>Condições de processamento</i> .....	72
5.8. CARACTERIZAÇÃO .....	74

5.8.1.	<i>Viscosidade</i> .....	74
5.8.2.	<i>Condutividade térmica</i> .....	76
5.8.3.	<i>Determinação da temperatura</i> .....	79
5.8.3.1.	Interior da peça.....	79
5.8.3.2.	Superfície da peça .....	80
5.8.4.	<i>Propriedades Mecânicas</i> .....	82
5.8.4.1.	Ensaio de tracção .....	82
5.8.4.2.	Ensaio de flexão.....	84
5.8.4.3.	Ensaio de impacto.....	85
5.8.4.4.	Ensaio de fractura .....	86
5.8.5.	<i>Morfologia</i> .....	88
5.8.5.1.	Microscopia óptica .....	88
5.8.5.2.	Microdureza .....	88
5.8.5.3.	Scanning Electron Microscopy (SEM).....	89
5.8.6.	<i>Modelo cinético</i> .....	90
5.8.6.1.	<i>Novo modelo cinético para termoendurecíveis</i> .....	92
5.8.6.2.	<i>Procedimento experimental para o desenvolvimento do novo modelo</i> .....	93
<b>6.</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>97</b>
6.1.	SIMULAÇÃO .....	97
6.1.1.	<i>Efeito do aumento da temperatura do molde</i> .....	97
6.1.2.	<i>Estudo do efeito do aumento de temperatura dos reagentes</i> .....	98
6.2.	CUSTOS .....	101
6.2.1.	<i>Comparação de custos dos moldes produzidos por diferentes processos RT e materiais</i> .....	101
6.3.	VISCOSIDADE .....	104
6.3.1.	<i>Efeito da percentagem de poliol</i> .....	104
6.3.2.	<i>Efeito da temperatura de ensaio</i> .....	105
6.4.	CONDUTIVIDADE TÉRMICA.....	106
6.5.	EVOLUÇÃO DA TEMPERATURA .....	107
6.5.1.	<i>Interior da peça</i> .....	107
6.5.2.	<i>Superfície da peça</i> .....	109
6.5.3.	<i>Comparação da temperatura simulação/ experimental</i> .....	111
6.6.	PROPRIEDADES.....	112
6.6.1.	<i>Contracção</i> .....	112
6.6.2.	<i>Mecânicas</i> .....	114
6.6.2.1.	Efeito da posição da amostra.....	114
6.6.2.2.	Efeito do material do molde .....	116
•	Testes de tracção.....	116
•	Testes de flexão em três pontos .....	117
•	Teste de fractura em três pontos .....	117
6.6.2.3.	Efeito da percentagem de poliol.....	118
•	Testes de tracção.....	118
•	Testes de flexão em três pontos .....	119
6.7.	MORFOLOGIA.....	120
6.7.1.	<i>Microscopia óptica</i> .....	120
6.7.2.	<i>Análises de microdureza</i> .....	121
6.7.3.	<i>Microdureza ao longo da espessura</i> .....	123
6.7.4.	<i>Ensaio de SEM</i> .....	124
6.7.4.1.	Análise da superfície fracturada nos ensaios de impacto.....	124
6.7.4.2.	Modelo cinético.....	129
<b>7.</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>139</b>
<b>8.</b>	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>141</b>
<b>9.</b>	<b>ANEXOS</b> .....	<b>145</b>
	ANEXO 1 – TECNOLOGIAS PROTÓTIPOAGEM .....	145
	ANEXO A2-MATERIAIS .....	147
	A1.1- RIM 876/900 .....	147
	A1.1.1 - Material safety data sheet (876).....	149
	A1.1.2 - Material Safety Data Sheet (900) .....	152
	A1.2 – PROLAB 65 .....	157
	A1.2.1 Ficha de segurança .....	159

---

<i>A1.3 - ALUMEC 89</i> .....	162
<b>ANEXO – A2 SIMULAÇÃO</b> .....	<b>168</b>
A2.1 PROPRIEDADES DO MATERIAL .....	168
ANEXO A2.2-RESULTADOS .....	170
<b>ANEXO A3-PARAMETROS DE PROCESSAMENTO</b> .....	<b>174</b>
<b>ANEXO A.4 – ORÇAMENTOS REAIS DE DIVERSOS MATERIAIS</b> .....	<b>178</b>
ANEXO A5 – NORMAS .....	181

## Lista de figuras

<i>Figura 1-1 – Consumo do PU pelas regiões mundiais no ano de 2000</i> .....	2
<i>Figura 1-2 – Classificação das espumas</i> .....	4
<i>Figura 1-3 – Reacção de formação do poliuretano</i> .....	10
<i>Figura 1-4- Reacções secundárias que ocorrem com o isocianato</i> .....	13
<i>Figura 2-1- Ciclo de produção</i> .....	21
<i>Figura 4-1: elementos finitos da malha</i> .....	47
<i>Figura 4-2- Local de injeção</i> .....	48
<i>Figura 4-3-Efeito de gravidade em peças com paredes espessas</i> .....	49
<i>Figura 5-1-Desenho técnico da peça “Frame”</i> .....	55
<i>Figura 5-2 Principais dimensões da placa das cavidades</i> .....	61
<i>Figura 5-3 Principais dimensões da placa das buchas</i> .....	62
<i>Figura 5-4 a), b) Molde em lab 850</i> .....	63
<i>Figura 5-5- Molde em prolab 650</i> .....	63
<i>Figura 5-6- Molde em alumínio</i> .....	63
<i>Figura 5-7- Molde em resina com carga de grafite</i> .....	64
<i>Figura 5-8- Molde em silicone</i> .....	64
<i>Figura 5-9- Criação da malha na peça</i> .....	65
<i>Figura 5-10 – Equipamento de RIM Dopag EconoMix Compact com</i> .....	67
<i>Figura 5-11 – Cabeça de mistura</i> .....	67
<i>Figura 5-12- Cilindros de mistura</i> .....	68
<i>Figura 5-13– Dispositivo auxiliar</i> .....	68
<i>Figura 5-14– Sistema de dosificação dos componentes: a) 60% de poliol e 40% de isocianato; b) 50% de poliol e 50% de isocianato; c) 40% de poliol e 60% de isocianato</i> .....	69
<i>Figura 5-15- Cana de mistura</i> .....	71
<i>Figura 5-16- Colocação da cana na cabeça de mistura e no molde</i> .....	71
<i>Figura 5-17– Abertura do molde</i> .....	71
<i>Figura 5-18 – Conjunto de dispositivos para termoendurecíveis</i> .....	75
<i>Figura 5-19 – Esquema de montagem: a) prato superior b) prato inferior</i> .....	75
<i>Figura 5-21-Equipamento de medição da condutividade (Alambeta)</i> .....	77
<i>Figura 5-20- Geometria da amostra utilizada</i> .....	78
<i>Figura 5-22 – Localização dos termopares</i> .....	80
<i>Figura 5-23 – Localização dos termopares e do sensor da pressão</i> .....	81
<i>Figura 5-24 – Ligação dos termopares aos dois moldes utilizados</i> .....	81
<i>Figura 5-25 – Sistema de aquisição: a) pormenor da ligação do sensor de pressão e dos termopares; b) vista geral; c) pormenor da ligação do sistema ao computador</i> .....	81
<i>Figura 5-26-corte dos provetes para ensaios de tracção</i> .....	82
<i>Figura 5-27- Dimensões gerais dos provetes para ensaios de tracção</i> .....	83
<i>Figura 5-28- Ensaio de tracção na Instron</i> .....	83
<i>Figura 5-29- Plotter 3D-Roland MDX 20</i> .....	83
<i>Figura 5-30- Corte dos provetes para ensaios de flexão</i> .....	84
<i>Figura 5-31-Dimensões dos provetes para ensaios de compressão</i> .....	84
<i>Figura 5-32- Esquematização do provete em ensaios de flexão</i> .....	85
<i>Figura 5-33-a) início do ensaio b) flexão de 30mm</i> .....	85
<i>Figura 5-34- Corte do provete para o ensaio de impacto</i> .....	86
<i>Figura 5-35- Dimensão e configuração do entalhe</i> .....	86
<i>Figura 5-36- Principais dimensões</i> .....	86
<i>Figura 5-37- Local de onde foi retirado o provete</i> .....	87
<i>Figura 5-38 – Distância entre apoios</i> .....	87
<i>Figura 5-39- Locais onde foram retiradas as amostras</i> .....	88
<i>Figura 5-40- Marcação dos pontos a medir</i> .....	89
<i>Figura 5-41-Calorímetro C80 da Setaram com um sistema de mistura implementado</i> .....	94
<i>Figura 5-42- DSC com um sistema de aquisição em cilindro (Calvet, 1948; thermally decoupled sample containers)</i> .....	94
<i>Figura 6-1- Material curado</i> .....	98
<i>Figura 6-2- Material curado ao fim de 6 minutos</i> .....	99
<i>Figura 6-3- Material curado ao fim de 10 min</i> .....	100
<i>Figura 6-4– Comparação do custo total entre moldes (M-maquinação; V-Vazamento)</i> .....	102
<i>Figura 6-5– Comparação do custo de material dos moldes entre moldes</i> .....	102

Figura 6-6 – Distribuição de custos no molde PU 650 – maquinação .....	103
Figura 6-7 -distribuição de custos no molde PU 850 – maquinação.....	103
Figura 6-8 – Distribuição de custos no molde AL – maquinação.....	103
Figura 6-9 – Distribuição de custos no molde .....	103
Figura 6-10 - Distribuição de custos no molde silicone .....	104
Figura 6-11: Efeito da percentagem de polioliol para diferentes temperaturas .....	105
Figura 6-12 – Efeito da temperatura de ensaio para diferentes percentagens de Polioliol.....	106
Figura 6-13 – Temperaturas no molde em alumínio.....	108
Figura 6-14 – Molde em silicone .....	109
Figura 6-15 – Peça 50% de polioliol (termopar 1e 2 molde de alumínio e o termopar 3 e 4 molde silicone) .....	110
Figura 6-16 – Peça 60% de polioliol (termopar 1e 2 molde de alumínio e o termopar 3 e 4 molde silicone) .....	110
Figura 6-17 – Peça 40% de isocianato (termopar 1e 2 molde de alumínio e o termopar 3 e 4 molde silicone) .....	110
Figura 6-18- Distribuição da temperatura para duas temperaturas de molde diferentes .....	111
Figura 6-19- Zona de medição da contracção.....	113
Figura 6-20- a)Localização dos provetes; b)Localização da linha de soldadura simulação .....	114
Figura 6-21– Efeito da posição da amostra – ensaios de tracção (50%isocianato-50% de polioliol) .....	115
Figura 6-22 – Efeito do material do molde – Tensão de cedência (50%isocianato-50% de polioliol).....	116
Figura 6-23 – Efeito do material do molde – Módulo tangente (50%isocianato-50% de polioliol) .....	116
Figura 6-24 – Efeito do material do molde – flexão em três pontos (50%isocianato-50% de polioliol) .....	117
Figura 6-25 – Efeito do material do molde – testes de fractura (50%isocianato-50% de polioliol) .....	117
Figura 6-26 – Efeito da percentagem do polioliol vs material do molde – Tensão de cedência.....	118
Figura 6-27 – Efeito da percentagem do polioliol vs material do molde – Módulo tangente.....	119
Figura 6-28- Imagens da peça N (40%polioliol/60%isocianato): a)objectiva de 2x b) objectiva de 4x.....	120
Figura 6-29 – Imagens da peça O (40%Isocianato /60%polioliol): a) objectiva de 2x; b)e C) objectiva de 4x .....	121
Figura 6-30 – Avaliação da microdureza na superfície 1 .....	121
Figura 6-31 – Avaliação da microdureza na superfície 2.....	122
Figura 6-32 - Avaliação da microdureza ao longo da espessura – molde em alumínio .....	123
Figura 6-33 – Avaliação da microdureza ao longo .....	123
Figura 6-34- a) Molde em alumínio; b) molde PU lab 850 (ampliação 12x) .....	124
Figura 6-35 – a) Molde em alumínio; b) molde PU lab 850 (ampliação de 1000x).....	125
Figura 6-36- a) 50% Polioliol; b) 40% Polioliol; c) 60% de polioliol(ampliação de 12x).....	126
Figura 6-37- a) 50% Polioliol; b) 40% Polioliol; c) 60% de polioliol (ampliação de 1000x).....	127
Figura 6-38- a)50% Polioliol; b) 40% Polioliol; c) 60% de polioliol (ampliação de 12).....	128
Figura 6-39- 50% Polioliol; b) 40% Polioliol; c) 60% de polioliol (ampliação 1000).....	128
Figura 6-40a) Experimental; b) modelo kamal; c) novo modelo cinético .....	130
Figura 6-41- a) Experimental; b)Kamal; c) modelo cinético.....	132
Figura 6-42 – a) Experimental; b) Kamal; c) modelo cinético.....	133
Figura 6-43 – a) Experimental; b) Kamal; c) modelo cinético.....	135
Figura 6-44- a) Experimental; b)Kamal; c) modelo cinético.....	136
Figura 6-45 – a) Experimental; b) Kamal; c) modelo cinético.....	138

## Lista de tabelas

<i>Tabela 1-1 – Consumo mundial dos poliuretanos</i> .....	2
<i>Tabela 3-1: Selecção de processos alternativas para a produção de peças em plástico</i> .....	33
<i>Tabela 3-2: cálculo do comprimento do ataque para as espumas e sólidos em poliuretano</i> .....	40
<i>Tabela 3-3 – Largura da extremidade em função do material do molde</i> .....	40
<i>Tabela 4-1: Resultados do MPI/RIM</i> .....	50
<i>Tabela 4-2: Resumo das tarefas</i> .....	51
<i>Tabela 5-1 – Propriedades físicas do alumec 89</i> .....	56
<i>Tabela 5-2 – Propriedades físicas do lab 850</i> .....	57
<i>Tabela 5-3 – Propriedades mecânicas e térmicas do lab 850</i> .....	57
<i>Tabela 5-4 – Propriedades do prolab 65</i> .....	58
<i>Tabela 5-5-dados de processamento da resina Biresin L84</i> .....	59
<i>Tabela 5-6 – Dados físicos da resina Biresin L84</i> .....	59
<i>Tabela 5-7: Algumas propriedades do silicone utilizado</i> .....	60
<i>Tabela 5-8 – Parâmetros usados</i> .....	66
<i>Tabela 5-9: variação da quantidade dos componentes</i> .....	73
<i>Tabela 5-10 – Condições utilizadas no ensaio reológico</i> .....	76
<i>Tabela 5-11: grandezas obtidas na alambeta</i> .....	79
<i>Tabela 6-1: custos absolutos</i> .....	101
<i>Tabela 6-2: custo relativos</i> .....	101
<i>Tabela 6-3 – Valores da condutividade</i> .....	107
<i>Tabela 6-4: resultados experimentais/ simulação</i> .....	112
<i>Tabela 6-5 – Medição da contracção após desmoldação para os moldes em poliuretano</i> .....	113
<i>Tabela 6-6 – Medição da contracção para o molde em alumínio e grafite</i> .....	113
<i>Tabela 1: variação da quantidade dos componentes</i> .....	174
<i>Tabela 2: variação da quantidade dos componentes</i> .....	174
<i>Tabela 3: variação da quantidade dos componentes</i> .....	174
<i>Tabela 4: variação da quantidade dos componentes</i> .....	175
<i>Tabela 5: variação da quantidade dos componentes</i> .....	175
<i>Tabela 6: variação da quantidade dos componentes</i> .....	175
<i>Tabela 7: variação da quantidade dos componentes</i> .....	176
<i>Tabela 0-8: variação da quantidade dos componentes</i> .....	176
<i>Tabela 9: variação da quantidade dos componentes</i> .....	176
<i>Tabela 10: variação da quantidade dos componentes</i> .....	177
<i>Tabela 11: variação da quantidade dos componentes</i> .....	177
<i>Tabela 12: variação da quantidade dos componentes</i> .....	177
<i>Tabela 13: variação da quantidade dos componentes</i> .....	177
<i>Tabela 14: variação da quantidade dos componentes</i> .....	178

---

## Siglas

$\rho$  – Densidade

$g$  - aceleração da gravidade

$\mu$  - Viscosidade dinâmica

$\tau$  - Tensão de corte na transição entre o comportamento Newtoniano e da lei de Potência

$\mu_0$  Representa a viscosidade para uma tensão de corte igual a zero.

$h$  -entalpia específica da resina

$k$  -condutividade térmica

$H$  - calor exotérmico libertado durante a reacção por unidade de massa

$\alpha$  -conversão (quantidade de material sólido formado)

$\partial\alpha/\partial t$  é a taxa da reacção descrita pelo modelo cinético

$f(\alpha)$  é uma função da conversão ( $\alpha$ )

$K(T)$ , a constante da taxa da reacção, uma função da temperatura.

$K_1(T)$  e  $K_2(T)$  são as constantes da taxa da reacção

$m$  e  $n$  são constantes, representando a soma de  $m$  com  $n$ , a ordem geral da reacção

$A$  - factor pré-exponencial da constante da taxa de conversão

$E$  -energia de activação

$R$  – constante dos gases perfeitos

$\Delta + T$  é a temperatura absoluta

$\xi$  -constante de difusão

$\alpha_d$  -valor critico da percentagem de cura/ conversão

$\phi$  -factor pré-exponencial da constante da taxa de cura

$T_{\text{abs}}$  – temperatura absoluta

$p$  e  $q$  são constantes

$[Iso]$  – concentração de isocianato





# 1. Produção de protótipos em poliuretano

## 1.1. Introdução

Otto Bayer é reconhecido como o “pai” da indústria dos poliuretanos, uma vez que foi o primeiro a desenvolver o processo de poliadição de di-isocianatos.

A origem dos poliuretanos remota ao início da II guerra mundial, com o objectivo de serem usados como substituintes da borracha. A sua versatilidade e as suas excelentes propriedades tornaram-no num material de eleição, aplicado em numerosas situações e em certos casos os poliuretanos vieram substituir determinados materiais, que eram até então muito escassos[1].

Por volta dos anos 1950, os poliuretanos podiam ser encontrados em forma de camadas, adesivos, elastómeros e espumas rígidas. Já nos finais da década de 1950 estavam disponíveis comercialmente as espumas flexíveis. Com o desenvolvimento do polioli à base de poliéter, as espumas flexíveis conheceram novos campos de aplicação tais como, tapeçaria e a mais importante de todas, as aplicações na indústria automóvel[1]. As suas primeiras aplicações em automóveis foram utilizadas para tornar a estrutura de metal dos assentos mais confortável[2].

Formulações, aditivos e técnicas de processamento, têm sofrido vários desenvolvimentos tais como, a utilização de reforços e moldações estruturais em partes exteriores de automóveis. Hoje em dia os poliuretanos podem ser encontrados em quase tudo aquilo que tocamos no dia a dia, nomeadamente, nas nossas secretarias, cadeiras, carros, roupas, calçado, electrodomésticos, isolamento em paredes e telhados, etc. [1]. Os poliuretanos contribuem para melhorar os nossos padrões de vida quer em casa, no trabalho, no lazer e principalmente no sector industrial. [3]

Os poliuretanos são partes essenciais na vida moderna. Usados como materiais de isolamento em construções ou em electrodomésticos, oferecem também benefícios ambientais, uma vez que permitem economizar o gasto de energia, por exemplo reduzindo a quantidade de combustível necessário para aquecer ou arrefecer o interior das habitações[4].

Os poliuretanos são os mais materiais que mais se utilizam (peso e volume) na indústria automóvel, ultrapassando qualquer um dos outros materiais poliméricos.



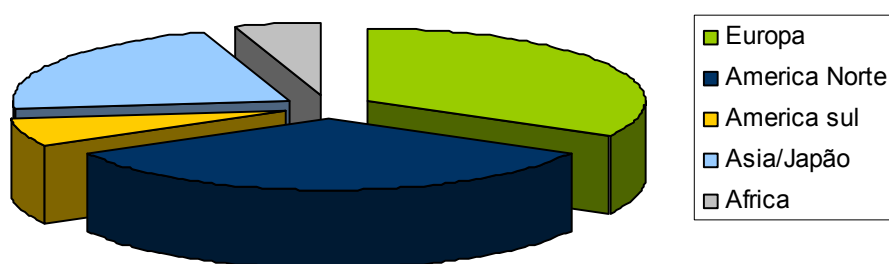
A sua taxa de crescimento é também mais rápida que os restantes plásticos. Os poliuretanos influenciaram vários desenvolvimentos na indústria automóvel durante as duas ultimas décadas[2].

Na tabela 1.1 indicam-se alguns valores relativos ao consumo mundial de poliuretanos entre 1999 e 2005[5]. Na figura 1.1 esta representado a distribuição do consumo dos poliuretanos pelas regiões mundiais, no ano de 2000[6].

**Tabela 1-1** – Consumo mundial dos poliuretanos

Ano	1999	2001	2003	2005
Consumo PU (mil ton)	7553	8223	8567	8821

### Consumo de PU por regiões



**Figura 1-1** – Consumo do PU pelas regiões mundiais no ano de 2000

Os poliuretanos são formados a partir da reacção de um poliol (um álcool com mais de dois grupos reactivos por molécula) com um di-isocianatos ou um isocianato polimérico na presença de catalisadores e aditivos. Após a reacção ocorre um processo de cura e aumento do entrelaçamento das cadeias poliméricas do poliuretano[3].

Devido à variedade de isocianatos e à vasta gama de poliois, é possível obter um largo espectro de materiais que podem ser produzidos para satisfazer as necessidades de aplicações específicas. [1]

Os poliuretanos obtidos em RIM, depois de curados não podem ser aquecidos nem moldados. A qualidade das peças obtidas em RIM deve-se essencialmente as quantidades de reagentes usadas na reacção (estequiometria), aditivos usados e temperaturas do processo[7]. Quando o poliol e o isocianato reagem, a mistura que é líquida sofre um aumento da viscosidade e torna-se num sólido.



O sistema de poliuretanos para além do polioli e do isocianato pode também conter um ou mais aditivos, tais como:

- Colorantes
- Retardadores de chama
- Estabilizadores de calor
- Estabilizadores UV
- Cargas para melhorar a estabilidade dimensional e dureza, como também para controlo dos custos em materiais químicos[7].

## 1.2. Propriedades dos poliuretanos

Para a obtenção com sucesso de produtos em poliuretano com boas propriedades, é necessário fazer-se uma selecção adequada da formulação e uma escolha adequada dos parâmetros de processamento, assim como da geometria da peça e desenho do molde[8].

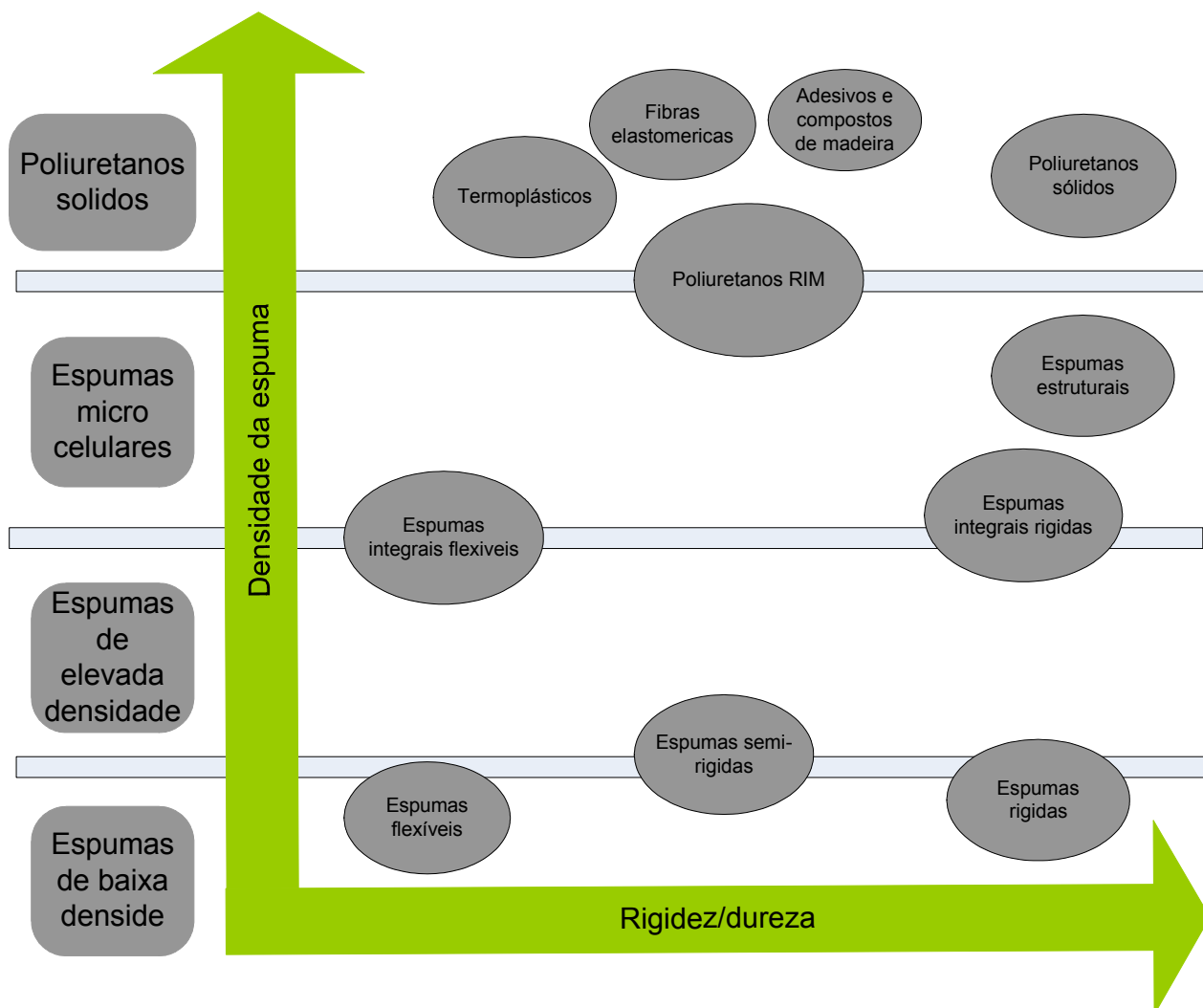
Os poliuretanos podem ser produzidos, variando a densidade desde dos 6 kg/m<sup>3</sup> até 1220 kg/m<sup>3</sup> e a dureza desde elastómeros muito flexíveis até rígidos e plásticos duros[3].

A principal diferença entre a produção dos poliuretanos e os restantes materiais plásticos é que a polimerização é feita pelo utilizador e não pelo fabricante. Isto é possível porque a maioria dos poliuretanos são produzidos usando máquinas com processos reactivos[3].

O elevado uso de poliuretanos sob a forma de camadas, adesivos, selantes e elastómeros permite não só o avanço de métodos industriais tradicionais, como também amplia o campo de aplicações dos poliuretanos[1]. No entanto existem dois grandes factores que inibem a aplicação dos poliuretanos e são eles a limitada estabilidade a temperaturas superiores a 90°C e a sua elevada flamabilidade, principalmente nas espumas[9]. Geralmente os poliuretanos oferecem propriedades vantajosas ao nível do desempenho, facilidade de processamento, resistência à humidade e a condições atmosféricas, boa resistência a óleos, solventes orgânicos, ácidos e alcalinos, e no caso de PUs (Poliuretanos) não aromáticos são também resistentes a oxidação[9]. Muitas vezes os poliuretanos obtidos em RIM (Reaction Injection Moulding) são granulados e introduzidos em forma de cargas em novas moldações. Estas incorporações permitem um aumento das propriedades mecânicas, nomeadamente um aumento da força de impacto.



A classificação das espumas tendo em conta a densidade e dureza, está representada na figura abaixo[10].



**Figura 1-2** – Classificação das espumas

### ➤ Espumas

Os poliuretanos podem ser encontrados como espumas flexíveis, rígidas ou de pele integral. Cada aplicação requer estabilizadores específicos[11]. As espumas são formadas através da libertação de gás durante a reacção de polimerização dos poliuretanos. O fabrico destas espumas pode ser em descontínuo, contínuo em placas ou produzir artigos moldados[3].



### ➤ Espumas flexíveis

As espumas flexíveis são facilmente produzidas podendo adoptar uma variedade de formas, quer sendo no corte de placas quer sendo em peças moldadas[3]. São extensamente usadas no sector do mobiliário e no mercado automóvel, devido ao seu conforto, sendo também muito populares no fabrico de colchões e para almofadar os tapetes[1].

Quando se produz placas em espuma flexível, a reacção exotérmica que ocorre entre o polioli e o isocianato pode provocar descoloração ou até mesmo queimar o centro da espuma. Este fenómeno é muito comum nas espumas flexíveis devido ao tamanho das células[11].

As espumas flexíveis podem ter uma gama de densidade alargada variando entre espumas de baixa densidade e alta densidade. As espumas de baixa densidade possuem uma densidade que varia entre 10-80 kg/m<sup>3</sup> e caracterizam-se pelo baixo número de cruzamentos e pela presença de células abertas que permitem que o ar flua mais facilmente[3].

### ➤ Espumas Rígidas

As espumas rígidas possuem uma densidade que varia entre 30Kg/m<sup>3</sup> – 80Kg/m<sup>3</sup> e caracterizam-se pela presença de um elevado número de entrelaçamentos das cadeias e pela presença de células com estrutura fechada, ou seja cada célula possui paredes que impossibilitam a passagem de ar. Estes materiais oferecem uma boa relação entre a força estrutural e o seu peso, resultando em excelentes propriedades de isolamento térmico[3]. Assim sendo, as espumas de poliuretano rígidas são usadas como isolamento para edifícios, aquecedores de água, transporte de congelados, e refrigeração comercial e residencial. Estas espumas são também usadas para flutuação e para administração de energia[1].

### ➤ Espumas de pele integral

Relativamente às espumas de alta densidade, estas possuem valores da densidade superiores a 100 kg/m<sup>3</sup>. Esta gama de densidades inclui moldações em espumas de pele-integrada (self – skinning) e elastómeros micro-celulares. As espumas de pele integrada são usadas para fazer partes moldadas com núcleo celular e uma parede relativamente densa, e também em artigos para decoração[3].



### ➤ **Elastômeros de poliuretano sólidos**

Os elastômeros de poliuretanos são materiais de alto desempenho com propriedades excepcionais, fazendo com que tenha uma gama de aplicações muito vasta [7]. Os elastômeros em poliuretano permitem obter peças com uma grande variedade de formas, oferecem recuperação da tensão superior e podem ser resistentes a muitos factores ambientais[1]. A maioria dos elastômeros em poliuretano tem excelente resistência á abrasão, podem ser macios ou duros, de resiliência alta ou baixa, sólido ou celular[3].

### ➤ **Adesivos, selantes e coatings**

As propriedades ligantes dos poliuretanos abriram novas oportunidades para a reutilização e reciclagem. Os poliuretanos são extensamente usados para formular adesivos e selantes[11]. Usando a resina de poliuretanos como uma cola, vários materiais podem ser ligados, tais como a madeira, borrachas e partículas de outros materiais que juntos originam novos materiais com elevada qualidade[1].

Os adesivos e selantes de poliuretano são usados na construção, transporte, na marinha e outras aplicações onde é requerida boas propriedades mecânicas, resistência á humidade e durabilidade. Os adesivos de poliuretano são providos de uma força de ligação muito forte. Outro grande campo de aplicação passa pela indústria do calçado, interiores de automóveis e na indústria têxtil[1]. Os adesivos de elevado desempenho podem substituir uniões mecânicas standard, como por exemplo a soldadura. Normalmente são adicionados retardadores de degradação de forma a manter as propriedades físicas dos adesivos de elevado desempenho[11].

### ➤ **Fibras**

As fibras de poliuretano, que são geralmente conhecidas como spandex, são fibras elastoméricas sintéticas. Estas fibras são fortes, possuem elevada expansibilidade e boa recuperação da forma inicial, o que as torna ideais para aplicações têxteis, tais como fatos de banho, meias, etc.[10].



### **1.3. Aplicações**

#### **➤ Construção**

A construção é um dos principais sectores de aplicação dos poliuretanos, onde a força estrutural, resistência á humidade, economia, espaço, baixo peso são as características fundamentais que justificam a sua aplicação. O baixo peso destes materiais facilita o seu transporte e torna o seu manuseamento mais seguro.

Como já foi referido o poliuretano aplicado ao isolamento torna-se amigo do ambiente, uma vez que diminui a quantidade de combustível necessária para o aquecimento ou arrefecimento de habitações. Especialistas ligados a este sector acreditam que se a nível mundial houvesse o isolamento de edificios em padrões óptimos era possível reduzir o efeito de estufa em mais de 10% [4].

#### **➤ Revestimento**

Os revestimentos em poliuretano são muitas vezes utilizados para criar pavimentos mais resistentes, promovendo também uma superfície fácil de limpar. Alguns poliuretanos são usados como revestimentos em aços e estruturas específicas, de forma a protege-los da corrosão.

Os poliuretanos usados como selantes são utilizados essencialmente nas janelas quer nas construções quer nos automóveis uma vez que possuem excelentes propriedades de adesão e resistência para condições ambientais adversas [4].

#### **➤ Automóvel**

Os poliuretanos são materiais com propriedades ideais para diversas aplicações no sector automóvel, nomeadamente o conforto e a segurança. Estas duas propriedades provém do facto dos poliuretanos, nomeadamente as espumas, serem capazes de absorver elevadas quantidades de vibração e do som.

A aplicação de poliuretanos no sector automóvel contribui para uma diminuição da poluição do meio ambiente, na medida em que diminui o peso do veículo, aumentando assim a eficiência do combustível e diminuindo a emissão de gases para a atmosfera.



A versatilidade dos poliuretanos permite criar benefícios económicos, uma vez que diminui a quantidade de material. Os poliuretanos contribuem também para um aumento da vida do automóvel devido as suas propriedades á corrosão[4].

Aproximadamente 1 milhão de toneladas de poliuretanos é essencialmente utilizado na indústria automóvel. Um automóvel típico poderá ter em média 18 a 30 kg de poliuretanos, promovendo em suma, segurança, conforto, isolamento e devido ao seu baixo peso contribui para uma redução do consumo[12].

#### ➤ *Indústria do calçado*

No sector do calçado os poliuretanos são muito usados na produção de solas. A sua versatilidade possibilita aos criadores e designers uma elevada liberdade de criação, sempre a baixos custos e com excelente qualidade. Os poliuretanos contribuem ainda para o conforto do cliente[4].

#### ➤ *Medicina*

Outro grande campo de aplicações do poliuretano está relacionado com acessórios para a área da medicina, nomeadamente, cateteres e tubulação em geral, roupa de camas de hospital, cortinas para cirurgia, pensos rápidos, etc. As principais características que os poliuretanos possuem e que são importantes nas aplicações medicinais, são: o custo, a longevidade, a dureza e razão elevada entre a tensão e deformação[1].

A atractividade dos poliuretanos nesta área deve-se também as suas excelentes propriedades mecânicas e a fácil processabilidade. Os poliuretanos exibem uma elevada resistência á tracção e a deformação, excelentes taxas de corte e boa resistência á abrasão.

## 1.4. Química dos poliuretanos

O poliuretano mais simples é um poliuretano linear, o qual é composto por um hidroxilo e por um nitrogénio, ambos com funcionalidade dois. O isocianato pode reagir com grupos de substâncias químicas diferentes, o que resulta numa variação das propriedades finais dos poliuretanos. Assim sendo, é essencial ter um perfeito controlo sob a reacção de forma a evitar formação de compostos indesejados.





A cura do material é caracterizada pela formação de uma rede, ou seja o entrelaçamento de cadeias e a extensão da cura ou grau de cura é frequentemente designado pela densidade desses entrelaçamentos.

A extensão destes cruzamentos varia e será reflectido nas propriedades finais dos poliuretanos [8].

Todos os poliuretanos têm por base uma reacção exotérmica que resulta da mistura de duas substâncias químicas líquidas, o polioli e o isocianato. A reacção de polimerização é quimicamente eficiente e a adição de catalisadores permite velocidades de reacção muito superiores, o que faz com que o processo de obtenção de produtos seja mais rápido. Da reacção de polimerização resulta um poliuretano sólido. Na formação de espumas é necessário haver formação de bolhas de gás, que normalmente resultam da reacção da água com o isocianato. Na maior parte das vezes, os componentes utilizados para a formação dos poliuretanos são líquidos a temperaturas ambiente (aproximadamente 18°C) [3].

Os poliuretanos são caracterizados por uma estrutura segmentada (blocos poliméricos), compostos por duas fases distintas, blocos flexíveis longos (1000-2000nm) unidos por blocos de segmentos rígidos mais curtos (150nm) [13].

O efeito dos segmentos flexíveis na estrutura molecular do pré-polímero na fase de separação de fase é altamente significativo na morfologia e propriedades dos copolímeros.

Durante a polimerização do PU em RIM, ocorrem variações significativas na massa molecular. Estas variações devem-se a alterações das percentagens dos segmentos flexíveis e rígidos. Ambos possuem um efeito significativo durante o desenvolvimento da estrutura [14].

O sistema PU – RIM exibe uma gama extensiva relativamente ao comportamento mecânico, resultante da variação estrutural destes materiais, nomeadamente, devido às diferentes percentagens de segmentos rígidos, da massa molecular do copolímero e do grau da fase de separação. Um decréscimo do grau de separação de fase, que resulta do aumento dos segmentos flexíveis, implica uma diminuição das propriedades á tracção. Também as propriedades á fractura melhoram significativamente quando se aumenta a percentagem de segmentos rígidos [14].

Em geral, uma maior concentração de segmentos flexíveis implica um abaixamento no valor do módulo, tensão, dureza e tensão de corte, contrariamente a deformação sofre um aumento.



Relativamente aos domínios dos segmentos rígidos, este tem também um efeito sobre o módulo, a dureza e tensão de corte e permite ainda um aumento da resistência à compressão[2].



**Figura 1-3** – Reacção de formação do poliuretano

#### 1.4.1. Poliol

Os poliois usados para obter os poliuretanos, foram desenvolvidos para que possuíssem os grupos reactivos essenciais para ocorrer a reacção com o isocianato.

A selecção do poliol para uma determinada aplicação é feita tendo em conta o tamanho e flexibilidade da estrutura molecular e a sua funcionalidade. Outro factor importante no poliol é o número de entrelaçamentos que será possível estabelecer, uma vez que deste parâmetro depende a rigidez da cadeia[3].

Para o componente poliol podem ser usados poliésteres ou poliéteres. Os poliésteres possuem propriedades mecânicas superiores e maior resistência às condições atmosféricas, relativamente aos poliéteres, estes permitem um aumento da resistência à hidrólise e aumenta a flexibilidade a baixas temperaturas. Devido à presença do átomo de oxigénio, o poliéter não é resistente a raios UV e oxigénio presente na atmosfera, no entanto é mais resistente à hidrólise do que o éster.

Por outro lado as forças coesivas presentes nas cadeias do poliéster são maiores do que as do poliéter devido ao grupo polar de carbono. Maiores forças intermoleculares permitem maior elasticidade e contrariamente menor flexibilidade a baixas temperaturas[15].

As propriedades são mais sensíveis a variações de estequiometria para extensões com dióis do que para extensões com diaminas aromáticas[16].

Estudos realizados no DSC (differential scanning calorimetric), permitiram verificar que quando se utiliza maiores concentrações de poliol, há um aumento do valor da temperatura de transição vítrea, o que pode estar relacionado com o aumento da densidade dos entrelaçamentos que restringe os movimento da cadeia[17].



## **Poliéteres**

O poliéter mais utilizado tem um peso molecular relativamente baixo, na gama de 500 a 3000 e são fabricados em óxido propileno (PO) e óxidos de etileno (OE). O PO é o principal componente do polioliol, uma vez que o OE só é incluído em pequenas quantidades para modificar determinadas propriedades do polioliol. A funcionalidade do poliéter (número de grupos hidroxilos activo por molécula) pode ser variado de 2 para elastómeros, aproximadamente 3 para espumas flexíveis e até 6 ou mais para espumas rígidas[8].

## **Poliésteres**

Os poliésteres são tipicamente obtidos através de uma reacção de condensação de um diol, como por exemplo o etileno de glicol com um ácido dicarboxílico. No entanto este tipo de polioliol permite obter poliuretanos com uma maior elasticidade, resistência à abrasão e flexão, em suma são utilizados para obter poliuretanos com um maior grau de exigência. Uma das suas principais desvantagens é a sua baixa resistência à hidrólise[8].

### **1.4.2. Isocianato**

Muitos dos grades comerciais de isocianato utilizados para obter poliuretanos são de natureza aromática. Os isocianatos aromáticos são muito mais reactivos do que os isocianatos alifáticos, o que contribui também para que os isocianatos alifáticos sejam mais utilizados, permitindo reacções com maiores períodos de tempo[18].

Uma das principais propriedades dos isocianatos é a sua funcionalidade, isto é o número de grupos – NCO por molécula. Normalmente é utilizada a funcionalidade de dois, em caso de aplicações especiais a funcionalidade é aumentada[8].

Para a formação dos poliuretanos são utilizados essencialmente dois tipos de isocianatos, o MDI (di-isocianato difenilmetano) e o TDI (di-isocianato de tolueno).

A produção química do MDI é mais complexa que a do TDI, no entanto esta complexidade permite ao fabricante químico um maior grau de liberdade para o modificar e aperfeiçoar de forma a satisfazer necessidades específicas[3].

O MDI (4,4' -metileno di (fenilisocianato)), é mais utilizado o que se deve à sua elevada reactividade, baixa toxicidade, baixo custo e excelentes propriedades. No entanto a



elevada reactividade associada aos isocianatos pode originar reacções secundárias que poderão afectar o processo de formação dos poliuretanos[19].

Para obter poliuretanos a um custo tão baixo quanto possível, os produtores de diisocianatos desenvolveram processos de forma a obter composições de MDI que correspondam as exigências do cliente[3].

O grupo isocianato é geralmente um grupo muito activo devido à presença de duas ligações duplas. No entanto, depende da sua posição na cadeia [9].

A reactividade do grupo isocianato influencia a velocidade da reacção de cura, o que determina o período de tempo entre a mistura e a gelificação, afectando consequentemente as propriedades térmicas e mecânicas da peça final[20]. Para além da reactividade do isocianato, também a quantidade que é incorporada na reacção, influencia a taxa de cura e consequentemente as propriedades finais da peça. No entanto, os poliuretanos são muitas vezes formulados com excesso de isocianato para promover determinadas propriedades elastómericas após a reacção[16].

Estudos realizados comprovam que quando se utiliza excesso de isocianato há um aumento significativo da dureza[21].

Durante a reacção, parte do excesso de isocianato irá ser gasto na formação de grupos alofanatos, havendo uma redução do isocianato disponível para reagir com o poliol [4]. Para além de alofanatos, também irão ser formados outros compostos tais como biuretos e estruturas polares de ureia o que promove um aumento de grupos uretanos livres quando a estequiometria da reacção é igual. Estes novos compostos originam certas restrições no que diz respeito a mobilidade das cadeias.

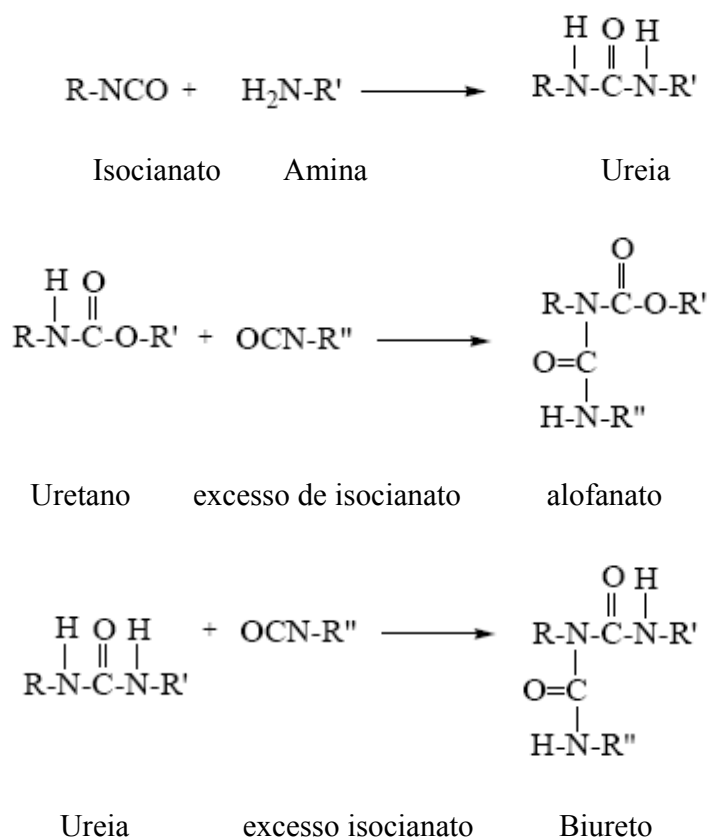
O aumento dos entrelaçamentos químicos altera a morfologia, afectando as propriedades mecânicas, nomeadamente a dureza. O aumento do rácio NCO/OH resulta num aumento das forças intermoleculares dos segmentos rígidos, o que por sua vez origina um aumento da tensão e uma diminuição da deformação[20].

O aumento da densidade dos entrelaçamentos da cadeia dos poliuretanos tem um efeito pronunciado no módulo de elasticidade para temperaturas maiores que a temperatura de transição vítrea. Após alcançar a transição vítrea, o módulo de elasticidade decresce rapidamente.



Para amostras com baixa densidade de entrelaçamentos, o módulo decresce para baixas temperaturas e a taxa de reacção é mais rápida do que para amostras com elevada densidade de entrelaçamentos[17].

Resistência à tracção, compressão e resiliência sofrem um aumento quando se utiliza isocianato em excesso. Contrariamente a deformação, resistência à abrasão aumentam para quantidades de isocianato inferiores[16].



**Figura 1-4-** Reacções secundárias que ocorrem com o isocianato

A formação de biureto é mais rápida que a do alofanato e a baixas temperaturas (60°C) a formação destes dois compostos é muito lenta[22].



### 1.4.3. Aditivos

Para além do poliol e do isocianato, na formação dos poliuretanos podem ser adicionadas substâncias químicas auxiliares com o intuito de controlar e modificar a reacção de polimerização e as propriedades do produto final.

Estes aditivos incluem catalisadores, agentes reticuladores, extensores de cadeia, agentes de insuflação, colorantes, cargas e reforços e retardadores de chama[3].

#### 1.4.3.1. Catalisadores

Os catalisadores têm um papel fundamental na produção de poliuretanos, uma vez que são responsáveis por manter o equilíbrio da reacção. A sua principal função é explorar as diversas reacções de forma a criar um produto com as propriedades desejadas.

Existem duas classes principais de catalisadores que são normalmente utilizados na produção de PU:

- Organometálicos, que são usados para acelerar a reacção e formação das ligações dos uretanos e consequentemente promoverem uma cura rápida.
- Aminas representam outras das principais classes de catalisadores extensamente usados na produção de poliuretanos. Alguns catalisadores de aminas promovem o entrelaçamento enquanto que outros controlam a estrutura da célula da espuma[8].

#### 1.4.3.2. Extensores de cadeia

Os extensores de cadeias possuem baixo peso molecular, são compostos difuncionais tais como hidroxilo de aminas, glicóis, ou diaminas e são usados para obter determinadas propriedades finais dos poliuretanos. O extensor reage com o isocianato e afecta a relação entre os segmentos rígidos e segmentos flexíveis e consequentemente afecta o módulo e a temperatura de transição vítrea do polímero [8].

#### 1.4.3.3. Agentes de insuflação

As espumas de poliuretano são obtidas através da existência de agentes de insuflação, que formam bolhas de gás na mistura entre o isocianato e o poliol. Estes agentes são normalmente líquidos com um baixo ponto de ebulição, sendo volatilizados com o calor da reacção exotérmica que ocorre entre o poliol e o isocianato.



Nas espumas flexíveis a insuflação das células ocorre através da libertação de  $\text{CO}_2$  que resulta da reacção do isocianato com a água[8].

#### **1.4.3.4. Retardadores de chama**

Devido a elevada flamabilidade dos poliuretanos, nomeadamente das espumas é necessário incorporar em algumas aplicações os retardadores de chama. Os retardadores mais utilizados são o fluoreto, cloro, bromo ou iodo, que são adicionados ao polioli. Outros compostos sólidos, tais como melanina ou trihidrato de alumínio, são também importantes retardadores de chama[8].

#### **1.4.3.5. Pigmentos**

Muitos poliuretanos tendem a amarelecer com a exposição solar, sem no entanto afectar as propriedades físicas. Os pigmentos apresentam-se normalmente em forma de pasta e são adicionados ao polioli. Os pigmentos inorgânicos e orgânicos melhoram a estabilidade aos UVs dos poliuretanos[8].

#### **1.4.3.6. Cargas**

As cargas tem como função melhorar a performance dos produtos finais e as cargas que são normalmente adicionadas, é o carbonato de cálcio e fibras. A adição destas cargas permite ainda obter formulações a baixo custo[8].

#### **1.4.3.7. Colorantes**

Existe uma variada gama de colorantes disponíveis para a coloração dos poliuretanos. A escolha do colorante e o modo de incorporação depende do tipo de poliuretanos e da sua aplicação final. Os colorantes à base de poliois ou plasticizantes compatíveis são adicionados directamente no polioli antes de ocorrer a mistura dos componentes na cabeça de mistura. Normalmente são adicionados pigmentos orgânicos uma vez que possuem um bom poder de coloração e uma natureza não abrasiva, o que é importante para o bom funcionamento da cabeça de mistura e dos restantes equipamentos[11].



## 1.5. Processo de Cura

A cura dos termoendurecíveis, em especial a dos poliuretanos envolve formação de cadeias tridimensionais a partir de reacções que ocorrem entre grupos polifuncionais. O processo de cura inicia-se com a formação e crescimento linear da cadeia, originando um aumento do peso molecular[23]. Este fenómeno resulta numa solidificação do material, havendo um aumento drástico da dureza, força e outras propriedades físicas e químicas[24].

O processo de cura é um processo muito complexo uma vez que depende de vários parâmetros, nomeadamente, do tamanho da cadeia, da quantidade de catalisador e da estrutura química[25]. Para além destes factores, a reacção de cura pode também ser afectada por alterações da humidade e restantes condições climatéricas e também pelas condições do equipamento[24].

O grau de cura é influenciado pela reactividade do grupo funcional e do número existente de grupos funcionais de isocianato, uma vez que o calor da reacção depende do tipo de isocianato. No entanto verifica-se que também para diferentes álcoois, o calor da reacção difere[26]. Um aumento do grau de cura aumenta o módulo e a tensão dos polímeros, mas diminui a flexibilidade[23]. É conveniente monitorizar uma reacção adiabática no processo de cura dos termoendurecíveis, de forma a obter uma cinética rápida e exotérmica. A combinação de baixos tempos de reacção, uma elevada taxa de elevação da temperatura durante a maior parte da reacção e baixa perda de calor, assegura que as condições da reacção estão próximas de um regime adiabático[25].

A gelificação (gelation) e a vitrificação (vitrification) são fenómenos típicos dos termoendurecíveis que ocorrem durante a reacção de cura. A gelificação ocorre para conversões entre os 55 a 80% e depende da estequiometria, funcionalidade e reactividade dos reagentes e ainda da temperatura[23].

A gelificação é um processo irreversível no qual ocorre um aumento infinito da cadeia molecular, o que origina um elevado aumento da viscosidade e uma diminuição da capacidade de processamento[26].

A vitrificação corresponde à formação do material sólido que ocorre devido a um aumento da densidade das ligações e aumento do peso molecular do polímero curado. Este fenómeno inicia-se quando a temperatura de transição vítrea alcança a temperatura de





cura[26]. Ao valor da temperatura de transição vítrea é dado o nome de ponto gel do processo de cura [27].

A velocidade da reacção decresce significativamente depois da vitrificação tornando-se mais lenta à medida que a difusão domina os componentes reactivos. O efeito de difusão, que provoca uma desaceleração do processo de solidificação, é determinante também na percentagem final de material curado.

Quando se trabalha na moldação por injeção com reacção, é desenvolvido um perfil de temperaturas sobre a peça, o que resulta numa morfologia mais complexa e mais instável. O processo de RIM envolve reacções simultâneas de cura acompanhadas de escoamento dos reagentes e produtos. A optimização destes eventos permite a obtenção de peças com melhor qualidade.

### **1.5.1. Taxa de reacção**

A taxa da reacção do isocianato com álcoois ou aminas pode ser influenciada por diversas variáveis, nomeadamente a temperatura e adição de catalisadores. Ambos podem ser usados para ajustar a taxa de reacção. Alterações descontroladas na taxa de reacção podem também ser promovidas por impurezas que se utilizam para produzir os poliuretanos[16].

Durante a reacção existe um aumento substancial da temperatura devido ao facto da reacção ser exotérmica. Este aumento tem uma grande influência sobre a taxa de cura, uma vez que aumentando a temperatura a taxa de cura também irá aumentar numa proporção de 2-3 vezes para cada 10°C[16].

A conversão da resina, ou a extensão máxima da cura é dependente da temperatura, a qual deve ser alta o suficiente para permitir mobilidade molecular para que todas as moléculas reajam[28].

Quando a cura ocorre muito rápido devido ao excesso de calor que é gerado, a peça poderá facturar. No entanto, não é apenas a temperatura em excesso que poderá danificar a peça, ou seja, qualquer um dos outros factores capazes de acelerar a reacção poderão ter uma influência negativa sobre a peça. Também reacções lentas são indesejadas, uma vez que a peça também poderá ter problemas. O ideal será perceber, monitorizar e controlar os efeitos dos vários componentes na mistura e as variáveis que controlam a taxa de reacção. Um bom controlo da reacção de cura reflectir-se-á na qualidade final da peça.





## 2. Processo RIM (reaction injection moulding)

O processo RIM foi desenvolvido na Alemanha pela Bayer AG, surgindo publicamente a primeira aplicação em 1966[29].

A moldação por injeção com reacção é processo utilizado para processar materiais termoendurecíveis, onde duas substâncias químicas no estado líquido se misturam e são de seguida injectadas num molde. A obtenção de peças em RIM ocorre a uma baixa pressão, baixa temperatura e baixa viscosidade[30].

O processo de mistura das substâncias químicas reactivas envolve elevadas velocidades, de forma a obter uma boa mistura. De seguida a mistura flui para molde onde ocorre a cura do material e a sua solidificação. É um processo extremamente rápido, resultando numa diminuição do consumo de energia.

Existem diferentes tipos de processos RIM caracterizando-se pelas diferentes formas como são reforçados. Na moldação por injeção com reacção reforçada (PRIM), os reforços são introduzidos no pré-polímero, sendo misturados e injectados no molde. No RIM estrutural (SRIM- Structural Reaction Injection Moulding) os reforços são colocados no molde antes de ser injectado o material[29].

Os produtos obtidos em RIM têm um vasto leque de aplicações, nomeadamente em aplicações médicas, telecomunicações, indústria electrónica, indústria automóvel etc. [31].

Somando a flexibilidade de design, o processo RIM produz peças que normalmente não são possíveis obter na moldação por injeção convencional, tais como, paredes espessas, cavidades em espuma, e utilizar encapsulamentos[1].

Para além da resistência elevada e do baixo peso, os produtos obtidos em RIM exibem elevada resistência ao calor, isolamento térmico, estabilidade dimensional e um elevado nível de propriedades dinâmicas[1].

O RIM é usado para maximizar a absorção de choque em automóveis, pára-choques, sem restrições quer no peso quer no tamanho. Outra grande vantagem do processo RIM em relação a indústria automóvel, é a grande liberdade que permite aos designers conceber peças inovadoras e muito criativas. As vantagens do processo RIM continuam dentro do automóvel. Hoje, são produzidos muitos componentes para interiores dos automóveis com o processo RIM, tais como volantes, tubos de ar, tapetes de chão e fundos de assento[1].



## 2.1. Caracterização do processo

O processo RIM é a resposta quando se pretende obter peças de grande dimensão num curto espaço de tempo e a preços competitivos. Este processo é também direccionado para obter protótipos ou séries de pequena dimensão de peças de baixo peso e com funcionalidades específicas.

Em contraste com os termoplásticos, onde o polímero fundido é compactado num molde e solidifica quando é arrefecido, no processo RIM o sistema é composto por dois componentes líquidos que reagem quimicamente entre si, ocorrendo a cura e solidificação do material[30].

O processo de moldação por injeção com reacção (RIM) usa moldes mais económicos, necessita de menos energia e menor força de fecho que o processo de moldação para termoplásticos. Estas características do processo resultam numa maior flexibilidade do processo e a nível do design, a preços mais reduzidos[30].

Para além da elevada força e do baixo peso, os poliuretanos obtidos em RIM exibem elevada resistência ao calor, bom isolamento térmico, estabilidade dimensional e um alto nível de propriedades dinâmicas.

Exibem ainda resistência não só a ácidos inorgânicos e orgânicos, como também a outros materiais que podem ser prejudiciais, substâncias químicas e solventes. Estas peças possuem ainda uma boa resistência às condições ambientais e um tempo de utilização elevado. Neste processo registam-se baixas temperaturas de processamento, que andam na ordem dos 35°C a 65°C e também baixas pressões, que variam entre 2,07 bar e 6,9 bar, o que torna o processo muito económico comparativamente com os restantes processos de moldação. Estas baixas pressões e baixas temperaturas tornam possível a utilização de moldes com baixa rigidez estrutural, obtendo-se assim moldes num curto espaço de tempo e de forma mais económica[32].

Um dos principais benefícios do processo RIM versus a produção de termoplásticos é o custo associado ao fabrico dos moldes para cada um dos casos[30].

O processo RIM é ideal quando se pretende pequenas quantidades de uma determinada peça, uma vez que possibilita a obtenção de peças num curto espaço de tempo.

No entanto quando é necessário uma maior número de peças, ou seja quando a produção aumenta, é aconselhável seleccionar uma outra técnica de moldação, o que representa uma das desvantagens deste processo.



Outra grande desvantagem do processo RIM prende-se com o facto deste processo estar limitado a um material, o poliuretano. No entanto é sabido que existe uma variedade de propriedades dos poliuretanos podendo-se obter peças em poliuretanos com propriedades semelhantes a um determinado material[33]. O ciclo de produção para a obtenção de peças em poliuretanos depende essencialmente da duração do tempo de cura do material, o processo de cura representa cerca de 60% do ciclo de produção tal como se indica na figura 2.1. Nos restantes 40% do ciclo estão incluídos o fecho e abertura do molde, enchimento da peça e operações de acabamento.

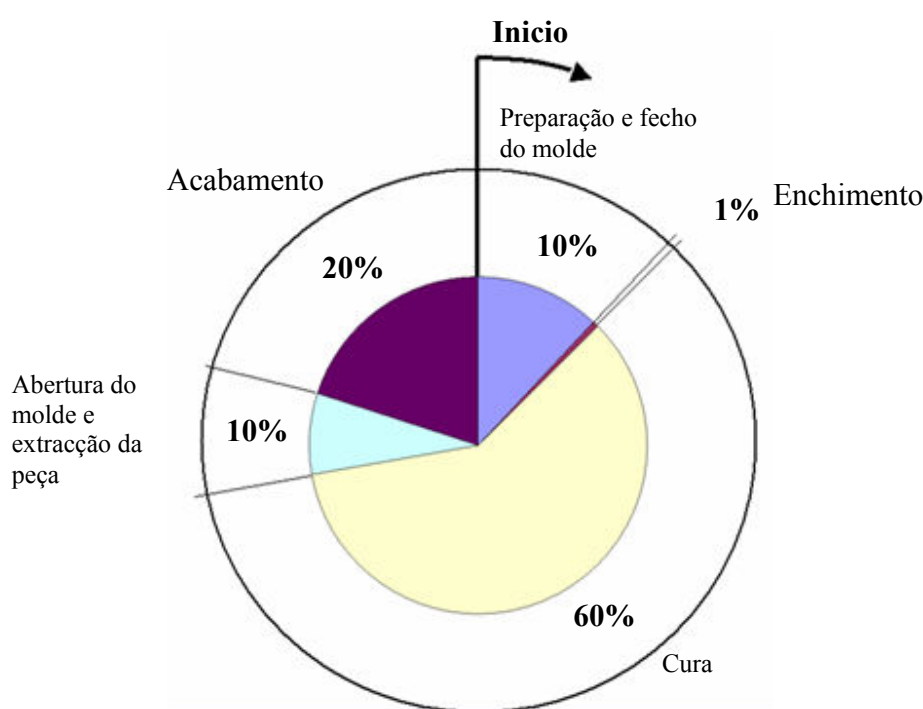


Figura 2-1- Ciclo de produção

### ➔ *Funcionamento do processo*

Neste processo são utilizados dois reagentes líquidos que são mantidos separadamente em tanques providos de agitadores, a temperaturas controladas. Destes tanques, o polioli e o isocianato são encaminhados para uma cabeça de mistura. Quando se inicia a injeção as válvulas da cabeça de mistura abrem e os componentes passam para uma câmara de mistura, com pressões da ordem dos 100 a 200 bar, onde ocorre uma mistura intensa através da introdução de altas velocidades. Da câmara de mistura o fluxo é injectado no molde a pressões próximas da pressão atmosfera e inicia-se a reacção exotérmica da mistura e consequente cura do material, dando origem a poliuretano sólido.



O tempo de ciclo de produção é relativamente curto e depende essencialmente do tamanho e da complexidade da peça em questão e também do sistema de poliuretanos utilizado.

Num molde o enchimento é muito rápido podendo em alguns casos, desmoldar a peça ao fim de 60s. No caso de peças de maiores dimensões é necessário adoptar soluções que impeçam a cura do material antes do molde estar completamente preenchido.

O processo RIM é aplicado essencialmente em situações que requerem[30]:

- Moldação de peças de grande dimensão de forma económica: devido a baixa viscosidade dos reagentes que formam o poliuretano é possível produzir peças com maiores dimensões. O tamanho da peça que pode ser moldada depende da velocidade da reacção dos componentes e do processamento da unidade de mistura.
- Variação da espessura da parede: o processo RIM permite uma grande flexibilidade a nível do design da peça, permitindo variações significativas de espessura, tipicamente na ordem de grandezas de 3 mm a 30mm na mesma peça.
- Possibilidade de obter compósitos: Quando é requerida uma força e dureza elevada, o sistema RIM pode produzir partes compostas, contendo fibras de vidro ou de carbono.
- Excelentes capacidades de encapsulamento: devidos às principais características deste processo, baixa viscosidade, baixa temperatura e baixa pressão, é possível incorporar uma variedade de materiais na peça a moldar. Esta solução é frequentemente utilizada na produção de circuitos eléctricos.
- Excelente reprodução da superfície e bons acabamentos: nas peças produzidas em RIM é possível proceder a acabamentos finais, tais como a pintura.
- Boas propriedades físicas: os poliuretanos obtidos em RIM possuem elevada resistência e um baixo peso, exibem boa resistência ao calor, isolamento térmico, boa estabilidade dimensional e elevado nível de propriedades dinâmicas e ainda boa resistência aos UVs.
- Boa resistência química: os poliuretanos toleram muitos ambientes químicos severos e podem ser formulados de forma a resistir a uma substância química específica.
- Baixo custo e rápida obtenção de ferramentas.



## 2.2. Máquina RIM

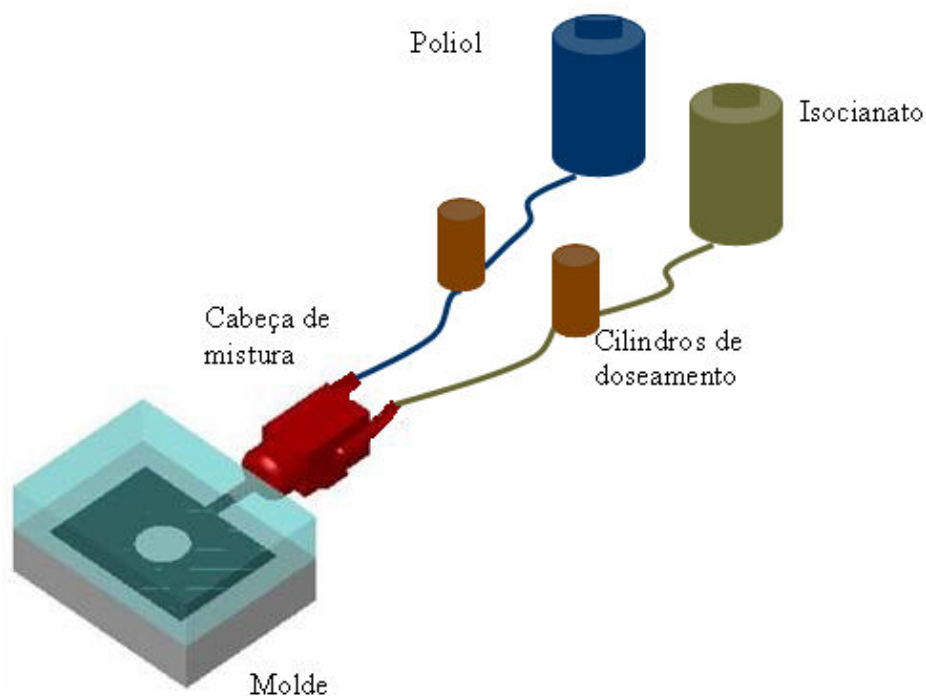


Figura 2-1 – Processo RIM

*Armazenamento de matéria-prima:* o poliol e o isocianato são os componentes principais da mistura, os restantes são os catalisadores, extensores das cadeias e outros aditivos vulgarmente adicionados na mistura. A maioria destes líquidos possuem baixa viscosidade a temperatura ambiente, sendo normalmente armazenados em tanques de aço. É fundamental durante o armazenamento que os reagentes fiquem isolados da humidade, principalmente o isocianato devido a sua elevada reactividade.

*Unidade de mistura:* a unidade de mistura a alta pressão é um elemento fundamental do processo RIM. Nesta fase iniciasse a mistura dos componentes que são introduzidos sincronizadamente e após a mistura são injectados directamente no molde. A rápida abertura e fecho das válvulas criam gradientes de pressão que necessitam de ser controlados e os líquidos devem ser misturados a elevadas velocidades. Nos sistemas de mistura os pistões axiais e as bombas são equipamentos fundamentais. O funcionamento destes equipamentos resume-se a recirculação dos materiais a baixa pressão e entrega do material a alta pressão. Este processo pode ser monitorizado e regulado através de um computador[29].



*Cabeça de mistura:* outro elemento fundamental é a cabeça de mistura que permite a entrada do material com alta velocidade na câmara de mistura, este processo realiza-se sob condições devidamente sincronizadas, desenvolvendo turbulência dentro da câmara, para que a mistura ocorra mais rapidamente. A este processo é incorporado um “aftermix” que é colocado entre o molde e a cabeça de mistura e tem como função converter o fluxo turbulento em fluxo laminar[29].

➤ **Processo RIM**

*Moldação* – os componentes misturados são injectados no molde e de seguida inicia-se o processo de cura. O calor gerado na cura facilita a reacção química do material, no entanto o molde deve ser aquecido, de maneira a evitar que a parte exterior da peça arrefeça muito mais rapidamente que o interior da peça[29].

*Desmoldação* – após o processo de cura a peça já tem firmeza suficiente para poder ser desmoldada. O período de cura depende do material que se está a utilizar[29].

*Recuperação do molde* – após a desmoldação da peça deve-se proceder a limpeza do molde, nomeadamente dos agentes que foram libertados durante a reacção química[29].

*Acabamento* – estas operações incluem decoração, limpeza de agentes libertados, pintura e pós-cura[29].

*Armazenamentos da peça* – os poliuretanos não apresentam nenhum problema significativo durante o armazenamento, uma vez que não são tóxicos nem inflamáveis[29].



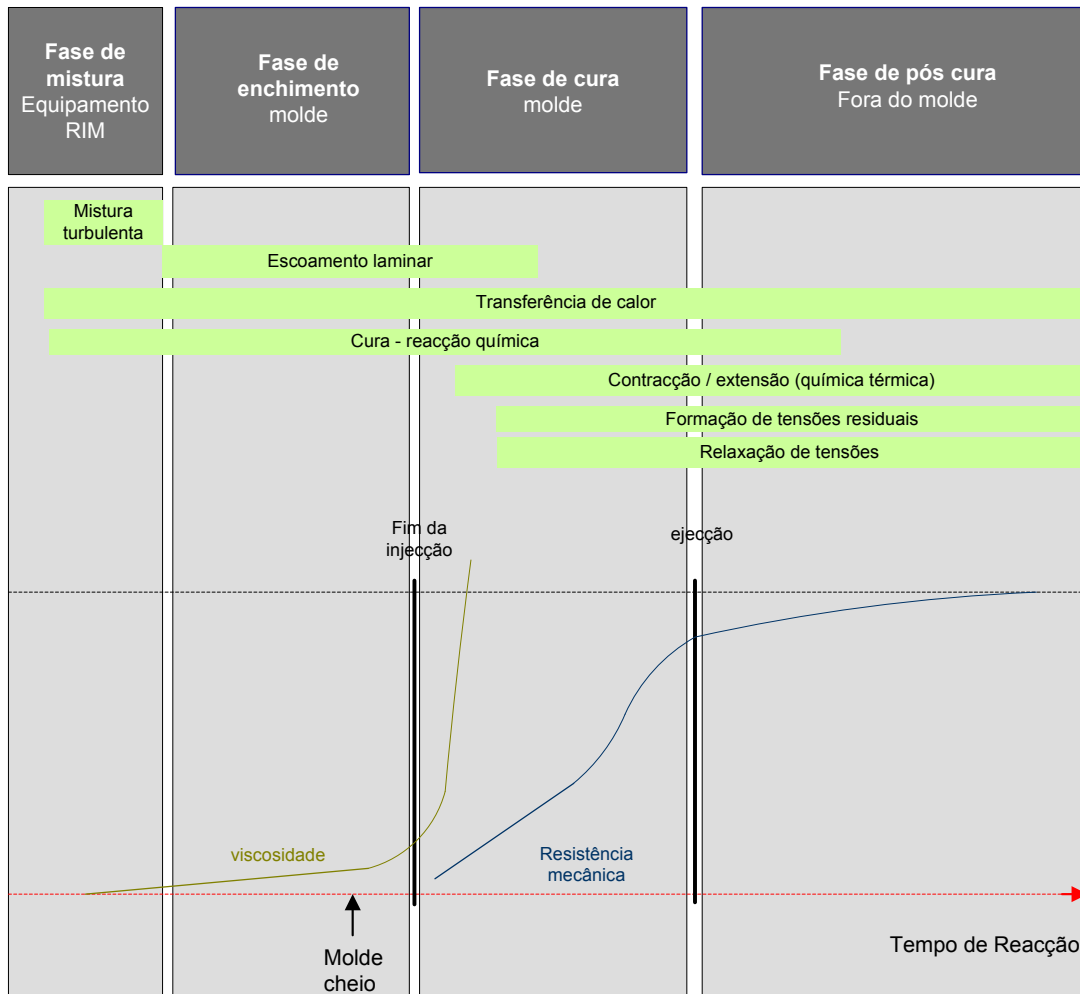


Figura 2-2 – Sequência de fases do processo RIM





### **3. Moldes para RIM**

O molde representa uma ferramenta fundamental para obtenção de peças com um bom desempenho em serviço, pois dele depende a qualidade quer estética quer funcional da peça. Um correcto desenho do molde é um dos factores mais importantes para obter uma boa produtividade, uma uniforme qualidade da peça e uma diminuição da probabilidade de ocorrer problemas durante a produção. Desenvolvimentos ao nível do ponto de injeção e cabeça de mistura, contribuem para a obtenção de qualidade e uniformidade da peça. Quando se projecta um molde para RIM deve-se dar especial atenção ao tamanho do molde e respectivo custo, forças de fecho, contracção da peça, tolerâncias dimensionais e cadeia de produção, mais concretamente ao número de peças que se pretende produzir.

As várias combinações possíveis ao nível da química da mistura para obter poliuretanos, têm uma significativa influência no processo exotérmico.

Para obter uma qualidade uniforme na peça é fundamental manter uma temperatura constante no molde, normalmente torna-se necessário implementar um sistema de arrefecimento no molde. A temperatura do molde afecta essencialmente a velocidade da reacção do sistema de poliuretanos, o enchimento do molde e ciclo de produção.

O uso de temperaturas incorrectas pode afectar a operação de desmoldação, estabilidade dimensional e consequentemente o empeno da peça.

Dependendo do tamanho da peça a produzir e das quantidades pretendidas, o molde pode ser construído para sistemas estacionários e sistemas rotacionais e moldes “portáteis”.

Quando se projecta um molde há uma série de requisitos que devem ser rigorosamente seguidos de forma a contribuir para o bom funcionamento e desempenho do molde, nomeadamente [34]:

- Boa resistência a condições ambientais e á corrosão
- Elevada dureza e força de compressão
- A sua condutividade térmica e estabilidade dimensional
- A sua facilidade de maquinação e custo
- Sistema de arrefecimento
- Possibilidade de se proceder a posteriores alterações
- A textura da superfície do molde
- Tempo de vida
- Material da peça produzir



### 3.1. Materiais para moldes

As propriedades dos materiais com maior interesse para o fabrico dos moldes são a resistência à fadiga, resistência à compressão, resistência à corrosão, condutividade térmica e estabilidade dimensional. O molde deve ser estruturalmente rígido e capaz de resistir às condições por vezes agressivas das elevadas temperaturas e da própria composição do material[34].

Assim sendo, os metais são os que mais se recomendam para a produção de moldes para a técnicas RIM, no entanto quando se pretende pequenas séries ou para a obtenção de protótipos, poderão ser usados moldes feitos em materiais com menor rigidez e menor condutividade térmica, que os metais.

A selecção do material mais adequado para uma determinada produção depende de vários factores, nomeadamente, do número de peças a produzir, qualidade superficial que se pretende, o tempo de produção do molde, dimensões, forma e tolerâncias da peça, número de cavidades do molde, tempo de ciclo e qualidade final das peças[35]. A baixa pressão que se regista no processo RIM torna possível a utilização de moldes com uma estrutura menos rígida e em materiais estruturalmente mais aligeirados[31].

Os moldes usados em RIM podem ser construídos numa variedade de materiais, tais como, aço, alumínio, silicone, níquel, resinas carregadas, etc.

- ➔ **Moldes em silicone** – estes moldes têm bastante êxito quando se pretende pequenas séries e quando as dimensões das peças não são críticas[31].
- ➔ **Moldes em resinas** – estes moldes são usados para componentes que requerem mais detalhe e propriedades físicas[31]. Pode ser esperado que eles durem para aproximadamente 2000 ciclos de produção, no entanto para volumes de produção mais altos pode se justificar o uso de spray-metal [36]. Os moldes em resinas epóxicas são normalmente usados para produções com pequenos sistemas de alimentação ou para peças protótipo. Estes moldes apresentam um fraco controlo sobre a temperatura, devido a sua baixa condutividade térmica, são bastante frágeis e apresentam uma superfície rugosa [37].



- ➔ **Moldes “spray metal”** – estes moldes oferecem uma melhor qualidade superficial e são actualmente compostos por um sistema de resinas epóxicas com partes em alumínio, que servem de base para a superfície de metal. A estrutura de alumínio é frequentemente utilizada para suporte dos sistemas funcionais do molde[31].
  
- ➔ **Moldes em alumínio** – estes moldes devem ser utilizados quando se pretende excelentes propriedades físicas do material, quando se pretende um maior numero de peça e também quando a estabilidade dimensional da peça é um factor importante. Um molde em alumínio quando devidamente arrefecido permite um maior controlo sob a reacção exotérmica, assim consegue-se uma maior uniformidade de arrefecimento da peça e evitando-se tensões internas[31].  
Os moldes em alumínio possuem um baixo peso, boa condutividade térmica e baixos custos de maquinação comparativamente com o molde em aço.
  
- ➔ **Aço** – Os moldes em aço são muito usados quando se pretende elevadas produções, devida a longa vida do molde. São largamente usados para produzir peças para o ramo automóvel e possibilitam a utilização de sistemas de extracção automáticos[37].
  
- ➔ **Ligas de zinco** – Os moldes em ligas de zinco de elevada qualidade permitem obter moldes com superfícies não porosas. São relativamente pesados e requerem canais de refrigeração próximos, uma vez que a sua condutividade é inferior a do alumínio [37].
  
- ➔ **Níquel placas** – Os moldes feitos em níquel permitem obter uma boa reprodução das superfícies. Estes moldes possuem uma elevada dureza superficial e para moldes de pequenas dimensões não é necessário terem uma estrutura rígida (suporte) [37].

### 3.2. *Técnicas de fabrico*

A popularidade da protótipagem rápida (rapid prototype RP) relativamente aos métodos tradicionais de fabricação manual de modelos baseia-se na capacidade de produzir rapidamente peças complexas com precisão. Os tradicionais longos períodos de vários meses gastos na concepção e desenvolvimento de um novo produto anteriores à decisão da



sua aceitação pela empresa podem agora ser substituídos por semanas, por vezes, mesmo dias, poupando muito tempo e dinheiro. Infelizmente, só uma gama relativamente estreita de materiais podem ser usados para produzir protótipos com as técnicas de RP[38]. Por estas razões, as tecnologias de RP estão agora a evoluir para o fabrico rápido de ferramentas (RT) [39].

O processo tradicional de fabrico de moldes e matrizes tem-se baseado predominantemente na maquinagem CNC.

Esta tecnologia é sem dúvida o maior concorrente dos sistemas RP, pois embora dispendiosa e com elevados tempos de fabricação está menos dependente de limitações de material, tamanho e rigor[38].

Varias empresas têm desenvolvido e apostado em centros de maquinagem que permitem a maquinação a alta velocidade (HSM – high speed machining), encurtando assim o tempo de resposta das soluções CNC. Por outro lado, o desenvolvimento de software 3D CAM (computer added manufacturing), que traduz os modelos 3D CAD em CNC, através do cálculo automático das trajectórias de maquinação, com a introdução de reduzido número de parâmetros, representa uma outra alternativa para a adesão a estes sistemas. Relativamente ao CNC convencional, estas novas tecnologias têm custos mais baixos, são mais fáceis de usar (não necessitam de um operador CNC experimentado, pois qualquer designer ou técnico a pode usar) e permitem elevado grau de automatização[38].

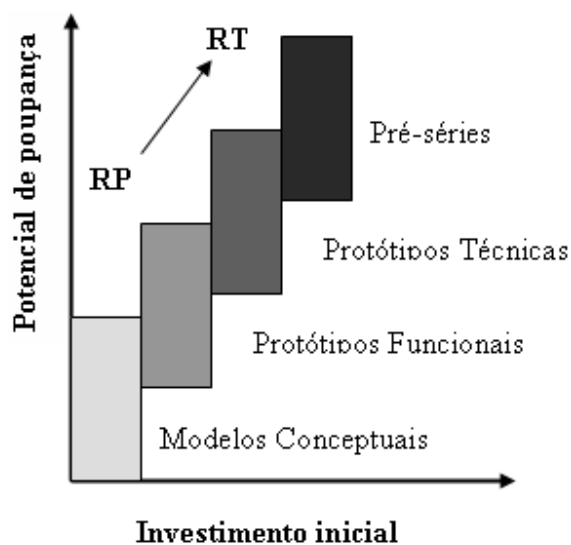


Figura 3-1 – Protótipagem rápida versus fabrico rápido de ferramentas



As técnicas de RT oferecem um elevado potencial para uma mais rápida resposta às necessidades do mercado, criando um novo factor de competitividade. Podem ser classificadas em processos directos e indirectos. No processo indirecto usa modelos de RP para produzir a ferramenta. No processo directo o equipamento RP ou RT fabrica directamente as ferramentas [40].

Os processos directos de fabrico rápido de ferramentas utilizam equipamento de elevado custo e são de utilização limitada. Por outro lado, numerosos processos indirectos têm sido desenvolvidos para a produção de ferramentas baseados em modelos de RP [41].

O fabrico de moldes em borracha de silicone vulcanizada à temperatura ambiente (RTV) para a produção de peças plásticas e séries de 1 a 50 unidades, constitui um dos métodos mais largamente utilizado de RT. Esta tecnologia pertence ao sistema designado usualmente por “soft tooling” (ST). Apesar da ampla gama de propriedades mecânicas cobertas pelos materiais utilizados em ST, a escolha é ainda limitada pois estes são sempre os mesmos, em geral, epóxicas e poliuretanos. Nestes casos não é possível usar os materiais nem os processos de fabrico definitivos [38]. Neste agrupamento há ainda a referir a técnica de estereolitografia que permite o fabrico directo de moldações em resinas foto polimerizáveis.

Alguns fabricantes de equipamentos de RP propõem assim ferramentas em “hard tooling” (HT), as quais são realizadas em ligas de aço, alumínio ou cobre. Com estas tecnologias produziram-se ferramentas de metal capazes de sobreviver milhares de ciclos constituindo assim uma boa alternativa às tradicionais técnicas de fabricação de moldes [38]. As tecnologias de “hard tooling” (HT), utilizam frequentemente feixes de raios laser que sintetizam directamente o pó metálico ou, em alternativa, fazem a consolidação do pó através de um ligante [42].

Neste último caso, procede-se, em seguida, à remoção do ligante e à infiltração de um metal secundário num forno. Outros sistemas permitem a fabricação de moldes de injeção através de moldação de precisão em areia e moldação por modelos perdidos. Há ainda a registar um sistema variante de LOM (LLCC) que usa um feixe de laser para cortar folhas de metal para produzir moldes e matrizes [43]

Contudo, há necessidade de métodos menos onerosos, mesmo com tempos mais curtos, que permitam também a validação de uma ferramenta. Esta necessidade pode ser suprida pelos processos indirectos de “firm tooling” [44].



Os métodos de “firm tooling” usam um modelo obtido por uma técnica apropriada de RP para o fabrico do molde, permitindo aos fabricantes obter uma redução significativa de tempo de desenvolvimento de novos produtos e simultaneamente reduzir os custos[38]. As tecnologias de “firm tooling” permitem obter ferramentas a partir de materiais metálicos, cerâmicos e plásticos. As ferramentas metálicas são as que garantem maior durabilidade e podem ser obtidas por técnicas de vazamento sobre o modelo ou por revestimento superficial ( projecção por spray, electrodeposição, etc.). Estas últimas são especialmente económicas para grandes dimensões. O uso de metais também assegura ciclos térmicos de processamento mais curtos devido à sua elevada condutibilidade térmica.

Os cerâmicos usualmente são conformados por técnicas de enchimento por barbotina, pulverometalurgia ou técnicas de gelificação e podem conter adições de fibras, ligantes, aditivos e infiltração de resinas. Os cerâmicos surgem, em geral, em fases intermédias do processo de fabrico das ferramentas RT e exigem sinterização a elevadas temperaturas[38].

Os plásticos são processados por vazamento incorporando aditivos, catalisadores, cargas metálicas e reforço de fibras. Permitem obter ferramentas económicas, de duração limitada, em prazos reduzidos, sendo de admitir quando se toleram protótipos com propriedades diferentes, em geral, de tipo não funcional[38].

Vantagens do fabrico rápido de ferramentas na industria[45]:

- Encurtamento do tempo de produção
- Processo económico
- Torna possível a alteração da peça antes da sua produção
- Transferência directa do modelo CAD, evitando possíveis erros humanos

Para o fabrico de moldes para RIM são geralmente utilizadas técnicas de protótipagem e de fabrico rápido de ferramentas. A estereolitografia (SLA, 3D Systems), Selective Laser Sintering (SLS, DTM Corp), Laminated Object Manufacturing (LOM, Helisys) e Fused Deposition Modeling (FDM, Stratasys), representam algumas das técnicas de protótipagem que são usadas para produzir o master que será posteriormente usado para obter os moldes através de técnicas de fabrico rápido de ferramentas. Os moldes em alumínio, poliuretano e madeira, etc. são normalmente maquinados.

A selecção da melhor técnica de protótipagem rápida depende de vários factores nomeadamente da complexidade da peça, precisão dimensional pretendida, qualidade





superficial, propriedades mecânicas, posterior aplicação do protótipo, a colocação de insertos, ou acabamentos e o volume da produção [46].

Na tabela abaixo está representada uma selecção alternativa para a produção de peças.

**Tabela 3-1:** Selecção de processos alternativas para a produção de peças em plástico

Partes em plástico	Produção do molde	Produção Peças
1	-	FDM-ABS SL – resina epóxida SLS – duraform
10	AIM tooling Ceramic casting tooling Spray metal tooling(Zinc)	Thin RIM moulding Vacuum casting RP parts
100	AIM tooling Spray metal tooling(steel) Resin cast tooling Laser sintered tools	RIM moulding
10000	Cast kirksite tooling Laser sintered tools Cast aluminium tooling 3D-Keltool	-
≥ 100000	Laser sintered tools 3D-Keltool Electroformed tooling Investment cast tools(steel)	-

### 3.2.1. Técnicas utilizadas para o fabrico de moldes para RIM

#### ○ Maquinação de blocos

Nesta técnica a cavidade do molde é maquinada directamente no bloco de material. Embora por vezes se torne numa técnica mais dispendiosa, é uma das mais precisas e é relativamente fácil de maquinar os canais de refrigeração.

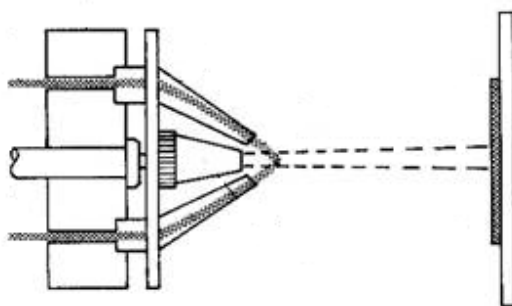
#### ○ Técnica de vazamento

Através desta técnica é possível obter moldes com qualidade e a preços relativamente baixos. Nesta técnica, é feito uma pré-estrutura, onde são determinadas as dimensões do molde da peça a obter, e é também possível definir os canais de refrigeração. Após definir todas a estrutura é vazado, sobre esta o material que se pretende usar. Posteriormente o molde é colocado numa estufa de vácuo para eliminar as bolhas de ar[37].



### ○ **Spray metal**

É uma das técnicas disponíveis sendo utilizada pela indústria de moldes para realização de revestimentos metálicos em moldes de injeção. Tem sido também utilizada na área da protótipagem rápida e fabrico rápido de ferramentas, como método indirecto de produção, sendo adequada para obtenção de pequenas séries de peças (Soft Tooling). Este processo encontra-se em constante evolução existindo diversas variantes do processo. O processo consiste no fabrico de revestimentos metálicos através da pulverização de metal sobre uma superfície a revestir. Este é um processo caracterizado por elevadas taxas de deposição, sendo o processo desencadeado por uma descarga eléctrica entre dois fios de metal que funcionam como eléctrodos. As características do revestimento dependem das propriedades dos fios utilizados.



**Figura 3-2-**Processo spray metal

### ○ **Epoxy Tooling**

A utilização de resinas reforçadas com cargas minerais ou metálicas na produção de moldes, torna-se particularmente interessante na obtenção de moldes em que seria necessário aplicar intensivamente a electroerosão. Como a obtenção da forma se baseia na moldação tendo por base o protótipo (master), um conjunto elevado de zonas no molde pode ser produzido numa só operação. A utilização de métodos convencionais de remoção de material levaria nalguns destes casos à produção de um número elevado de eléctrodos e consequentemente à execução de um número elevado de operações de electroerosão. Quando a série de peças a obter é na ordem das centenas (até 2000), se o material final pretendido for termoplástico, então o processo que permite o fabrico mais rápido e económico será o processo Epoxy Tooling.



### ○ Molde em silicone (Vacum casting)

É uma técnica muito utilizada para produções de baixo volume. Qualquer peça produzida por técnicas de protótipagem rápida pode ser usada como master no fabrico de moldes em silicone. Estas ferramentas podem ser usadas para obter pequenas séries de peças feitas em uretano, epóxidos ou outro polímero. Neste processo é feita uma estrutura, onde normalmente é utilizada a madeira, para delimitar o exterior do molde, dentro dessa estrutura é colocado o master, que deve ser devidamente fixo numa posição central. De seguida é vazado o material dentro da estrutura. Normalmente é necessário colocar a estrutura dentro de uma estufa para retirar bolhas de ar que tenham eventualmente surgido durante o vazamento. Depois de curado o material retira-se a estrutura de madeira e corta-se o molde de forma a delimitar a linha de partição [46].

### ○ Electrodeposição

É um processo extremamente importante na produção de moldes com elevada qualidade superficial. Este processo envolve a produção prévia de um protótipo o qual servirá de master na produção do molde. O material do protótipo deve ser condutor para garantir a electrodeposição do níquel. No caso do uso de material mau condutores como, o plástico, é necessário proceder a uma fase intermédia que garanta as características condutoras ao plástico. Tais propriedades podem ser obtidas facilmente através de tintas condutoras [25].

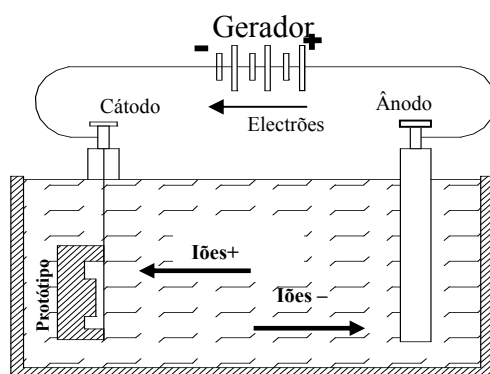


Figura 3-3 – Célula electrolítica

### ○ Deposição de vapor de níquel



O processo de produção de moldes através da técnica de deposição de níquel, consiste na produção de uma camada de níquel directamente na superfície do protótipo, que é normalmente de alumínio. A formação destas camadas de níquel acontece a baixas temperaturas e a taxa crescimento/construção é relativamente alta. A casca obtida reproduz fielmente a superfície do protótipo e dependendo da aplicação futura do modelo, esta casca poderá ter uma espessura que pode variar entre 4 a 6mm para aplicações a baixa pressão e até 35mm para aplicações a alta pressão. As taxas típicas de deposição são de 0.25mm/h e a dureza superficial ronda os 42HRC. Este processo é extremamente vantajoso economicamente, podendo reduzir 20% dos custos do molde[25].

### **3.3. Regras de construção**

A construção do molde é o factor com maior importância para o bom desempenho do molde

#### **3.3.1. Tamanho da peça**

As restrições existentes relativamente ao tamanho das peças a produzir em RIM, estão ligadas as capacidades dos equipamentos constituintes da máquina RIM, nomeadamente, com a capacidade de mistura da máquina e a cabeça de mistura, tempo de cura, pressão na cavidade e força de fecho se não for possível a auto retenção[37].

Os poliuretanos para RIM são adequados para produção de peças de grandes dimensões, podendo ir até grandezas de peso próximos dos 45 kg. Na produção de peças de grandes dimensões uma máquina de mistura pode não ter velocidade suficiente para encher o molde antes de ocorrer a cura, por isso na teoria uma ou mais máquinas podem ser conectadas ao molde. No entanto devido a limitações do próprio equipamento e devido a relação pressão/tamanho é conveniente dividir em partes que não excedam os 22,5kg, e posteriormente proceder a montagem. Relativamente ao tamanho mínimo permitido numa máquina RIM é de aproximadamente 0,225kg. No entanto do ponto de vista económico e prático é muito inconveniente fazer peças tão pequenas, uma vez que as exigências necessárias para o sistema de injeção e mistura acarretariam muitos desperdícios.



### 3.3.2. Tolerâncias dimensionais e contracção

Existem vários factores relacionados com o processamento e com o material, que afectam a reprodutibilidade da peça e são eles:

- Densidade da peça
- Temperatura do molde
- Tempo de desmoldação
- Pressão do molde
- Temperatura ambiente e humidade
- Alimentação do molde
- Velocidade de injeção
- Uso do molde
- Não uniformidade da cura ao longo da peça

Devido aos softwares existentes de CAD/CAM a precisão do molde melhorou significativamente e é recomendável que a tolerância dimensional seja de 1% ou menos.

Tal como os restantes plásticos os poliuretanos durante o arrefecimento sofrem uma pequena contracção. Durante o projecto do molde deve ser feito um acréscimo do valor da contracção por cada milímetro na dimensão nominal de toda a peça. Assim por exemplo se um determinado material tiver um a contracção de 0.7% e a peça tiver 1270mm, as dimensões do molde devem ser acrescidas de 8.89mm, ou seja no total terá 1278.89mm[37].

### 3.3.3. Cabeça de mistura

A mistura dos dois componentes (poliol e isocianato) representa, uma das partes mais críticas do processo RIM. Na cabeça de mistura o material atinge uma elevada velocidade, antes de entrar para o “aftermixer” e para o molde.

Usualmente a cabeça de mistura é colocada do lado do molde, paralela a linha de partição. Desta forma é possível aceder mais facilmente á cabeça de mistura, tornando-se mais flexível quando se determina a sua posição. No entanto, é normal que a localização da cabeça da mistura seja determinada tendo em conta a peça, o desenho do molde e a pressão[37].



### 3.3.4. Misturador (aftermixer)

Qualquer desvio ao nível da qualidade da mistura pode originar imperfeições na peça final, assim sendo para promover uma mistura completa, utiliza-se dispositivos de mistura após a cabeça de mistura.

Existem algumas configurações distintas para promover uma boa mistura que são colocados logo após a cabeça de mistura, no entanto o “aftermixer “ mais utilizado, denomina-se por peanut. Esta selecção prende-se ao facto que nesta configuração é possível aumentar o número de elos e assim ter uma variação de tamanhos ajustada as necessidades[37].

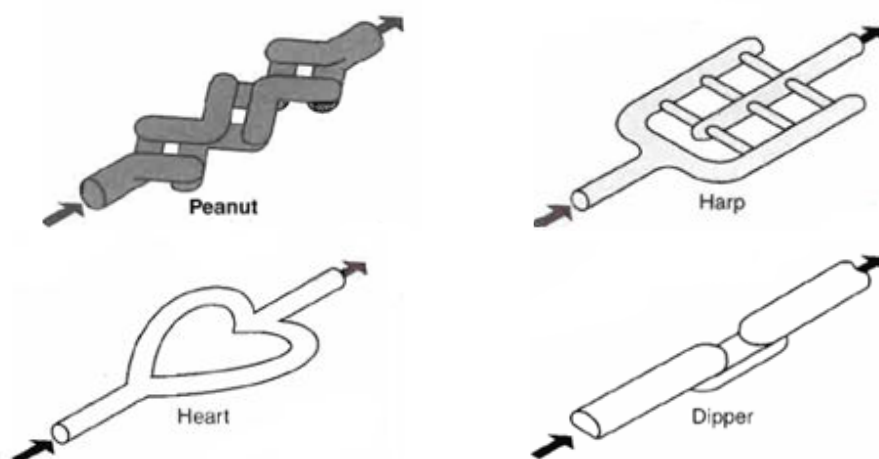


Figura 3-4 – Tipos de misturadores

### 3.3.5. Ataque

No processo RIM o ataque deve estar adjacente a cabeça de mistura e deve ter o mesmo diâmetro que a cabeça de mistura, no entanto deve-se fazer uma ligeira inclinação nas paredes do canal, de forma a evitar a formação de bolhas. A mistura deve entrar no molde de forma laminar, fluindo sobre a parede do molde evitando a formação de bolhas.

O fluido não deve entrar de uma forma livre, nem contra uma parede perpendicular ou qualquer outra obstrução.

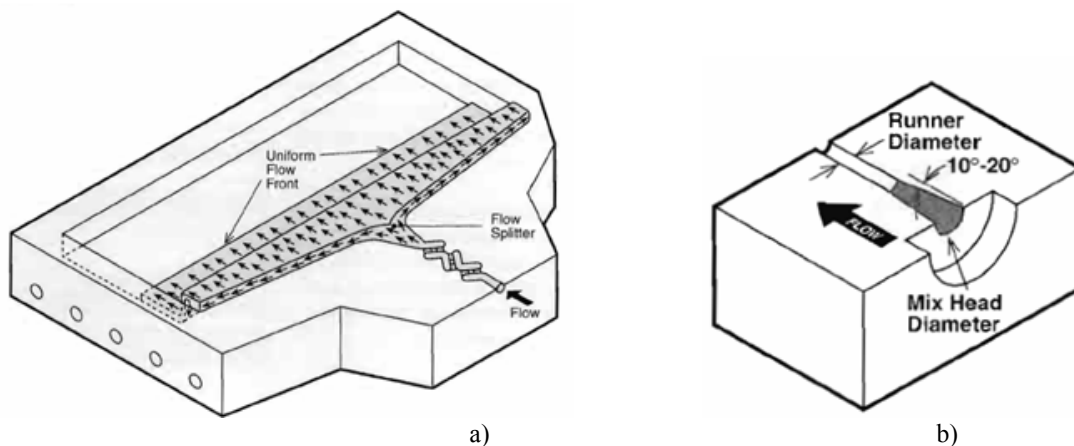


Considerações importantes referentes a localização dos ataques:

- O ataque deve estar colocado no local mais baixo do molde
- Deve-se tentar colocar o ataque junto da linha de partição
- Colocar o ataque num ponto que minimize fluxos muito longos
- Colocar num ponto menos visível da peça
- Na presença de ribs o ataque deve estar paralelo a elas
- Colocar o ataque junto dos pormenores mais complexos da peça.

Nos sistemas de poliuretanos sólidos a espessura do ataque deve ser próxima da espessura da peça. Normalmente a velocidade máxima do fluxo não excede os 7m/s, no entanto se não houver nenhuma esquina viva ou qualquer outra obstrução a velocidade de fluxo pode atingir os 30,5 m/s.

A configuração triangular do ataque permite uma uniforme distribuição do fundido e a espessura e comprimento do ataque são rigorosamente calculadas de forma a evitar velocidades excessivas do fluxo à entrada do molde[37].



**Figura 3-5 – a) Tipo de ataque tipicamente usado, b) transição do ataque**


**Tabela 3-2:** cálculo do comprimento do ataque para as espumas e sólidos em poliuretano

		Sistemas sólidos	Espumas
<b>Variáveis conhecidas</b>	Densidade, D	1121.3Kg/m <sup>3</sup>	1121.3Kg/m <sup>3</sup>
	Velocidade de injeção máxima, v	4.57 m/s	1.52 m/s
	Espessura do ataque, gt	2.54mm	2.03mm
<b>Sistemas Sólidos</b>	<b>Espumas</b>		
	Área mínima, A= (O <sub>v</sub> *144) /v	264.5mm <sup>2</sup>	793.4mm <sup>2</sup>
	Comprimento mínimo do ataque, L=A/gt	104mm	390mm

### 3.3.6. Linha de partição

A posição da linha de partição é um aspecto fundamental na concepção do molde que influencia essencialmente a posição do ataque, posição do molde, e o sistema de escape de gases.

A linha de partição deve ser posicionada no ponto mais alto da peça, quando tal não for possível deve ser usado um postigo de forma a criar a linha de partição que melhor se adequa a peça[36].

Quando se injecta poliuretanos é importante proceder a selagem do molde na linha de partição de forma a diminuir a perda de material por esta zona. Para tal, é necessário projectar no molde um pequeno rebordo, que dificulte a saída do material[37].

**Tabela 3-3** – Largura da extremidade em função do material do molde

Material molde	Largura da extremidade
Aço	1/2
Alumínio	3/4
Níquel	1/2
Resinas epóxicas	1



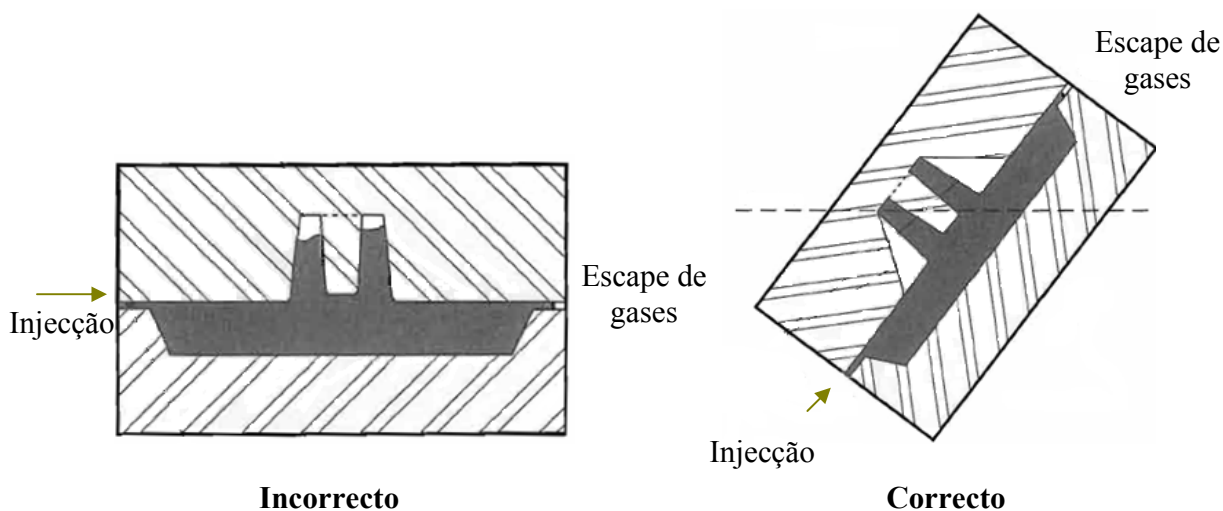


Figura 3-6 – Posicionamento da linha de partição

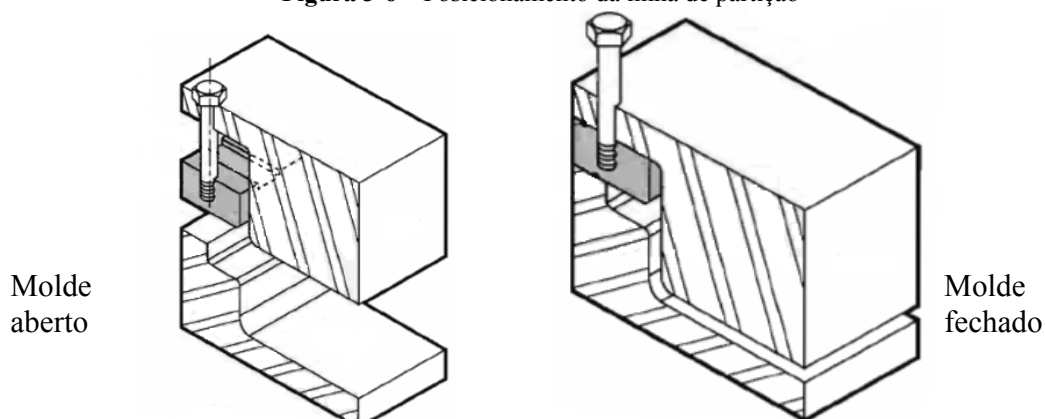
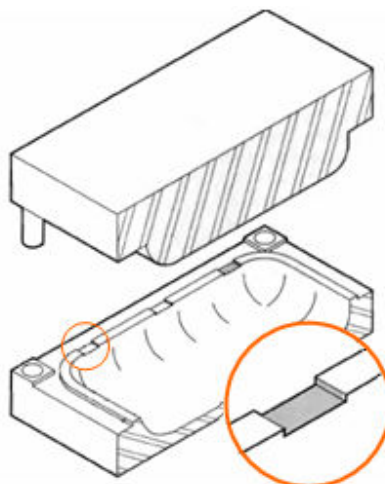


Figura 3-7– Colocação de postigos em zonas problemáticas de peça

### 3.3.7. Sistema de escape de gases

Durante a injeção do material no molde é essencial a presença de um sistema de escape de gases, de forma a permitir a saída do ar existente na cavidade. O sistema de escape de gases deve ser colocado no ponto mais da peça e relativamente as dimensões dos orifícios estes, devem ter um comprimento de 25mm, profundidade de 0,254mm e devem ser espaçados de 76mm a 101mm. No entanto, inicialmente devem ser maquinados escapes no menor número possível, pois é mais fácil maquinar posteriormente outros escapes do que tapar os existentes[37].



**Figura 3-8** – Dimensões do escape de gases

### 3.3.8. Enchimento do molde

Durante o enchimento do molde deve-se dar especial atenção a direcção do fluxo, ou seja, ao caminho que ele percorre ao longo da peça, especialmente quando existem obstruções do fluxo que poderão originar linhas de soldadura e diminuir assim o desempenho mecânico da peça numa determinada região da peça[37].

### 3.3.9. Sistema de refrigeração

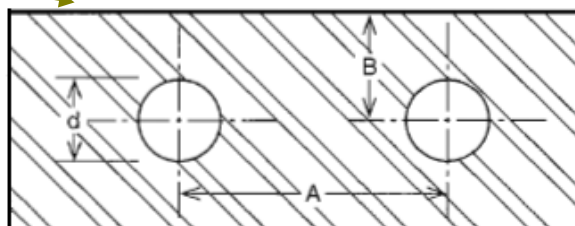
No processo RIM a reacção que ocorre entre o isocianato e o poliol é uma reacção exotérmica, libertando consideráveis quantidades de calor. No entanto para obter uma boa qualidade da peça o arrefecimento deve ser uniforme, para tal a temperatura do molde deve ser mantida o mais constante possível.

O uso de canais de refrigeração por onde circula normalmente água permite ter um controlo sobre a temperatura do molde e desta forma mantê-lo a uma temperatura relativamente constante.

O número e posição dos canais são determinados pela complexidade da peça, tamanho do molde e sistema de poliuretanos usado. No entanto, é recomendado obedecer a algumas dimensões mínimas, que podem ser observadas na figura a baixo[37].



Cavidade



	Molde alumínio	Molde em aço
<b>Diâmetro do canal (d)</b>	≈ 9.5-12.5	≈ 9.5-12.5
<b>Máxima distancia da extremidade (B)</b>	≈ 19	≈ 9.5-19
<b>Máxima distancia entre canais (A)</b>	≈ 50	≈ 12.5-25

**Figura 3-9** – Dimensões gerais para o sistema de alimentação

Normalmente é utilizado água ou óleo como líquidos para a refrigeração. O molde é construído para que os líquidos circulem no canais de refrigeração que cuja configuração deve acompanhar toda a geometria da peça. O tempo de ciclo é condicionado pela taxa de calor que é retirada ou introduzida do molde[36].

### 3.3.10. Cavidade

Ponto de injeção e sistema de escape de gases: o ponto de injeção permite que o fluxo de material alcance o molde e a sua estrutura tem uma forte influência no processo, assim como o local onde é colocado, uma vez que se tem que garantir que toda a cavidade é preenchida.

Relativamente ao sistema de escapes, este permite a remoção de ar presente na cavidade evitando-se assim a criação de tensões internas[36].

Os moldes podem ser desenhados com múltiplas cavidades, no entanto, normalmente não ultrapassa as 4 cavidades. Estes moldes são mais económicos quando se pretende uma grande produção. Tal como para os termoplásticos o enchimento das cavidades deve ser feito ao mesmo tempo. Quando as cavidades sejam diferentes é necessário proceder a um balanceamento nos ataques de forma a garantir que as peças fiquem completas em simultâneo[37].



### 3.4. Determinação de custos

Devido às baixas pressões existentes no processo RIM é possível utilizar moldes em materiais aligeirados e com estrutura menos rígidas, tornando-os muito mais económicos e mais facilmente obtidos.

Os custos associados aos moldes estão também directamente relacionados com a geometria da peça, quanto maior a complexidade da peça maior serão os custos do molde. Para além destes factores, existem outros que também influenciam de forma significativa o custo do molde, nomeadamente[37]:

- Número e tipo de elementos com movimentos
- Número de superfícies e qualidade das mesmas
- Profundidade e tolerâncias da moldação

O custo de um molde obtido por RT (rapid tooling) ou por processo subtrativo convencional depende da dimensão da peça a obter e da sua complexidade.

Assim, tendencialmente o aumento de complexidade (contra-saídas, reforços altos e estreitos, etc.) faz com que, pelos processos convencionais os custos e prazos de fabrico aumentem de forma exponencial.

Tal se deve à necessidade de introduzir elementos móveis, efectuar operações de maquinação em diversos componentes e em diferentes posições, utilizando eventualmente várias máquinas (centro maquinação, electroerosão, etc.). A acrescentar a tudo isto, também o trabalho de CAD e CAM se pode estender. Por isso, torna-se mais evidente o ganho de tempo e dinheiro, na utilização de processos RT quando a complexidade das peças tende a aumentar.



## 4. Simulação de enchimento

Os programas de moldação computacional dos diferentes processos de transformação de polímeros representam uma ferramenta fundamental no desenvolvimento de projectos e na investigação. Através destes softwares é possível analisar e prever possíveis problemas que possam surgir durante o processamento de um determinado produto, o que representa numa diminuição do tempo de ciclo e custos de concepção de um produto.

No entanto, estas simulações não deixam de ser uma aproximação ao que acontece na realidade e por isso mesmo é necessário realizar a simulação com muito rigor e exactidão. Deve ser dada especial atenção a selecção do material, que deve ter propriedades o mais próximo possível do material a utilizar no processamento, assim como o material do molde, parâmetros de processamento, sistema de arrefecimento, etc.

Relativamente aos programas de simulação de enchimento, assiste-se hoje em dia, ao surgimento de vários softwares, no entanto o Moldflow, continua a ser um dos softwares mais completos. Embora este software tenha sido concebido tendo por base a moldação por injeção, o Moldflow permite fazer a simulação em vários tipos de processamento de polímeros, nomeadamente no processo RIM (reactive injection moulding).

Numa simulação de enchimento/cura de um sistema PU/RIM, é possível obter informações essenciais, tais como:

- prever qual será o local mais favorável para injectar o material, de maneira a otimizar o enchimento da cavidade
- calcula a conversão (extensão da cura) versus tempo em qualquer local dentro do molde.
- determina a pressão de injeção e a força de fecho para a selecção da maquina
- fornece informação acerca da pressão de injeção em qualquer ponto e em qualquer período de tempo, ao longo do enchimento
- exibe graficamente a variação de temperatura como resultado da cinética da reacção dentro do molde em qualquer período de tempo
- identifica a posição das linhas de soldadura
- identifica possíveis locais de acumulação de ar, assim como os locais adequados no molde para o escape de gases.

Para além destas informações, a simulação de uma determinada peça permite otimizar um projecto e fornece uma estimativa do tempo necessário para a sua produção.



O Moldflow permite também uma melhor compreensão sobre estes processos complexos, uma avaliação da produção, uma minimização dos tempos de ciclo e uma optimização das condições de processamento.

As reacções químicas que acontecem durante o enchimento e cura afectam a moldação e o processo de moldação com reacção. Por exemplo, quando o fluxo é lento pode causar a gelificação prematura, resultando em Short Shot. Um enchimento rápido pode induzir um fluxo turbulento, criando porosidade interna.

#### **4.1. Tarefas essenciais para a análise**

É necessário ter em atenção algumas tarefas básicas que são essenciais para a realização de uma análise de simulação de enchimento. Posto isto de seguida irá ser feita uma breve apresentação de um procedimento tipo que se deve seguir quando se pretende simular no modulo MPI/RIM.

##### **1- Criar um novo projecto no MPI**

##### **2- Importar o modelo CAD (este deve estar gravado em formato STL)**

##### **3- Selecção do tipo de malha de elementos finitos**

Existem, no software, 3 tipos de malhas que diferem entre si, não só no modo como criam a malha ao longo da peça, mas também no tipo resultado obtidos no fim da simulação.

- Fusion

MPI/Fusion é a forma mais rápida para preparar um modelo em CAD para proceder à simulação de enchimento. Pode-se refinar a parte e desenho do molde, material e condições processamento para alcançar o equilíbrio óptimo entre a qualidade, custos e tempo. Não é necessário criar um plano a meio. No MPI/Fusion é formada uma casca (malha) de elementos finitos a volta da peça. Assim sendo a criação da malha é mais rápida, assim com a simulação em si uma vez que o numero de elementos finitos é menor. Também a precisão dos resultados é menor, visto que apenas é feita uma análise a nível superficial da peça.



- 3D Solid

MPI/3D Solid trata a peça como sendo um sólido, formando a malha não só na superfície, mas sim por toda a peça.

Em partes de plástico com maior espessura o fluido escoar em todas direcções. Assim sendo o número de elementos tetraédricos é muito elevado, tendo como desvantagem um maior tempo de formação da malha e do tempo de simulação de enchimento. No entanto este tipo de malha tem como vantagens um maior rigor dos resultados, visto que a peça é analisada da mesma forma que é injectada.

Usando a técnica de solução MPI/3D baseada num sólido tetraédrico de elementos finitos, é possível executar simulações tridimensionais em partes que tendem a ser muito grossas, como também em partes que têm mudanças de espessura extremas.

- Midplane mesh

Nesta malha é criado um plano a meio da peça, e é introduzida uma espessura. Esta espessura é uma espessura média, o que em algumas peças especialmente em peças com geometrias bastante irregulares, o método tornasse menos rigoroso.

#### 4- Análise de erros na construção da malha

A densidade ou grossura da malha, e a relação de aspecto (forma) dos elementos dentro da malha, afecta os resultados de análise de fluxo. Idealmente, os elementos triangulares numa malha deveriam ser equiláteros (fig.4.1). Deve-se evitar elementos “magros” quando a pressão, temperatura e velocidade do fluxo variam rapidamente. Relações de aspecto altas podem fazer o programa correr pobremente.



Figura 4-1: elementos finitos da malha

#### 5- Seleccionar o processo de moldação

#### 6- Seleccionar o material

O Moldflow está equipado com uma base de dados, na qual se encontram listas de materiais, assim como as suas características, condições de processamento, etc. Nesta lista podemos encontrar materiais termoplásticos e termoendurecíveis.



Caso o material que se pretende utilizar não se encontre nesta base de dados, poderá introduzi-lo criando uma base de dados pessoal (new personal database), no entanto é necessário saber as suas principais características, nomeadamente, condições de processamento recomendáveis, propriedades mecânicas, cinéticas, térmicas e reológicas, e ainda as condições PVT.

## 7- Seleccionar o ponto de injeção

A posição de um local de injeção é um factor importante determinando um padrão de enchimento aceitável. Se a análise inicial indica que o padrão de enchimento está desequilibrado (a), poderá ser alterado o local de injeção, ou ser somado outro, de forma a solucionar o problema (b).

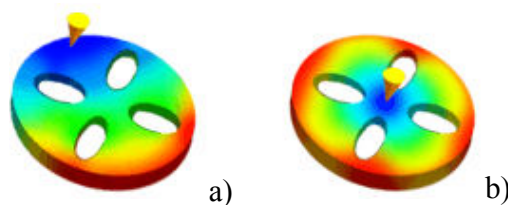


Figura 4-2- Local de injeção

Se não houver nenhum local de injeção especificado, a análise de local de injeção determinará o melhor lugar para um único ponto de injeção. Se um ou mais locais de injeção já existirem, o resultado sugere o melhor lugar para o próximo local de ponto de injeção, dependendo do material seleccionado.

O Moldflow permite construir um sistema de alimentação, onde se poderá seleccionar a estrutura e as dimensões desejadas.

## 8- Introdução das condições de processamento

Nesta etapa são introduzidas as condições de processamento para realização da simulação de enchimento. Por norma ao seleccionar o material, o software assume as condições de processamento recomendáveis para esse material, no entanto essas condições podem ser alteradas para as condições que realmente irão ser utilizadas no processamento.

Nas opções avançadas das condições de processamento para RIM, encontra-se os parâmetros de resolução, onde se pode escolher as opções de realizar a simulação tendo em conta o efeito de inércia ou o efeito da gravidade.





A direcção de gravidade é uma contribuição de análise opcional que se pode especificar para uma análise de MPI/Flow3D, permitindo investigar os efeitos de gravidade no processo de injeção

Ao moldar peças com paredes finas, a velocidade é normalmente baixa e a velocidade do fluxo de polímero é maior na cavidade de molde. Então, o efeito de gravidade não é um factor significativo no processo de moldação.



**Figura 4-3-**Efeito de gravidade em peças com paredes espessas

Para peças com paredes mais espessas, onde a velocidade do fluxo é maior, podem ocorrer defeitos como hesitação ou jactos, devido ao efeito de gravidade. Então, em 3D e para modelos com paredes grossas, pode-se fixar a direcção de gravidade de forma a determinar se gravidade tem ou não efeito no processo de moldação por injeção com reacção.

## **9- Resultados da análise**

A tabela seguinte lista os resultados gerados para uma análise de moldação por injeção com reacção (RIM) e indica-se para cada resultado qual o modelo da malha Midplane, Fusion, ou 3D solid que se poderá utilizar.


**Tabela 4-1: Resultados do MPI/RIM**

<b>Resultados</b>	<b>Midplane</b>	<b>Fusion</b>	<b>3D</b>
Fill time	✓	✓	✓
Pressure	✓	✓	✓
Temperature at flow front	✓	✓	✓
Weld lines	✓	✓	✗
Clamp force	✓	✓	✗
Air traps	✓	✓	✗
Average velocity	✓	✓	✗
Bulk conversion	✓	✓	✗
Bulk conversion at node	✗	✗	✓
Bulk conversion at end of filling	✓	✓	✗
Bulk temperature at end of filling	✓	✓	✗
Bulk temperature (nodal)	✓	✓	✗
Conversion	✓	✓	✗
Cured layer fraction	✓	✓	✗
Flow rate, beams	✓	✓	✓
Orientation at core	✓	✓	✗
Orientation at skin	✓	✓	✗
Pressure at end of filling	✓	✓	✗
Shear rate	✓	✓	✗
Shear rate (3D)	✗	✗	✓
Shear rate, bulk	✓	✓	✗
Shear rate, maximum	✗	✗	✓
Shear stress at wall	✓	✓	✗
Temperature	✓	✓	✗
Temperature (3D)	✗	✗	✓
Velocity	✓	✓	✗
Velocity (3D)	✗	✗	✓
Viscosity	✗	✗	✓
Volume change (Runner balance)	✓	✓	✗

A tabela seguinte resume as tarefas para este tipo de análise. Para cada tarefa indica também se aquela tarefa é compulsória (C) ou opcional (O), e qual tipo de malha (Midplane, Fusion, 3D solid) que se deve utilizar para cada uma das tarefas.


**Tabela 4-2:** Resumo das tarefas

<b>Tarefas</b>	<b>C/O</b>	<b>Midplane</b>	<b>Fusion</b>	<b>3D</b>
Mesh the model	C	✓	✓	✓
Set the reactive moulding process	C	✓	✓	✓
Set the analysis sequence	C	✓	✓	✓
Select a thermoset material	C	✓	✓	✓
Set injection location	C	✓	✓	✓
Set multiple injection barrel location(s)	C	✓	✗	✗
Specify process settings	C	✓	✓	✓
Set occurrence numbers	O	✓	✓	✓
Set runner dimension constraints	O	✓	✓	✗
Set clamp force direction	O	✗	✗	✓
Set gravity direction	O	✗	✗	✓
Set polymer valve gate	O	✓	✓	✓





## **5. Trabalho experimental**

De seguida será feita uma descrição do trabalho experimental realizado para a elaboração da presente tese. Assim sendo, inicialmente serão apresentados os materiais usados quer nas moldações quer nos diferentes moldes, assim como o desenho técnico dos mesmos, técnicas de fabrico de cada molde e os custos associados.

Posteriormente serão descritas as várias simulações realizadas, a técnica de processamento das moldações e as condições de processamento utilizadas. Por fim, serão explicados os vários ensaios realizados para auxiliar na caracterização mecânica e morfológica das moldações.

Para a realização desta parte prática foram feitas algumas deslocações ao Instituto politécnico de Leiria. O motivo destas deslocações deveu-se ao facto de que todos os equipamentos e acessórios para a produção de peças pela técnica RIM encontrarem-se neste local e também porque são parceiros do projecto no qual surge o tema para a presente tese. Relativamente aos ensaios para a caracterização das moldações estes realizaram-se no Departamento de Engenharia de Polímeros da universidade do Minho.

### **5.1. Material da moldação**

O material utilizado para a produção de peças em poliuretano foi o RIM 876/900, da Axson. Este material destina-se a realização de pequenas ou medias séries de peças protótipos que necessitem de propriedades similares aos termoplásticos do tipo ABS ou poliestireno.

- **Principais aplicações:**
  - Industria automóvel (revestimentos internos, painéis de controlo, etc)
  - Industria electrónica (partes de electrodomésticos, utensílios, carcaças, consolas, etc.)
- **Características:**
  - Boa resistência à temperatura
  - Alta resistência ao impacto
  - Grande facilidade de aplicação
  - Boas características para colagem e pintura



As duas partes (poliol e isocianato) devem ser misturadas a uma temperatura superior ou igual a 18 °C, segundo as seguintes proporções

<i>POLIOL</i>	<i>ISOCIANATO</i>
<i>1 x 22, 5 kg</i>	<i>1 x 18 kg</i>

As características óptimas deste material são obtidas após cura de 4 horas a 80°C. A utilização de um molde preanunciado a uma temperatura próxima de 40 °C facilita a desmoldação da peça.

▪ **Armazenagem:**

A conservação do produto é de 12 (doze) meses, resguardando-o da humidade a uma temperatura de 15 a 25°C, dentro das embalagens originais lacradas.

As embalagens devem ser cuidadosamente fechadas e resguardadas da humidade através da aplicação de cobertura de gás inerte e seco (ar seco, nitrogénio, etc.).

A parte A (poliol), em baixas temperaturas pode cristalizar (aparência: parte líquida não homogénea, presença de cristais). É conveniente aquecer o produto a uma temperatura de 40 °C até a obtenção de um líquido homogéneo.

Informações acerca das propriedades físicas, mecânicas e térmicas do material encontram-se em anexo (anexo A1.1).

## **5.2. Moldação**

Na figura seguinte, esta representada a peça que foi seleccionada para este trabalho. É uma peça quadrada, possui uma variação de espessura nas extremidades e no centro possui um buraco, que tem como principal função obstruir o fluxo durante a injeção da peça. Observando a figura é possível também visualizar o tipo de ataque utilizado na produção das peças (ataque em leque). Trata-se de uma geometria relativamente simples, facilitando assim a sua extracção.

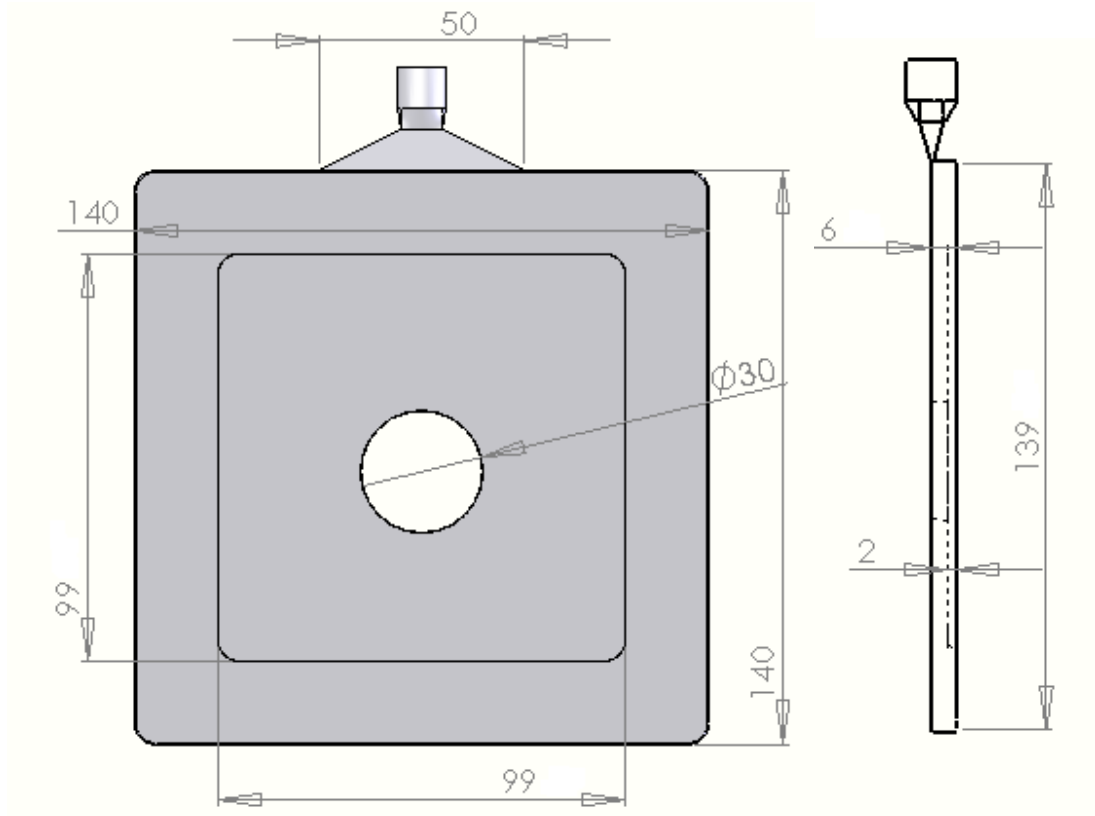


Figura 5-1-Desenho técnico da peça “Frame”

### 5.3. Materiais moldes

Para este estudo foram produzidos vários moldes em materiais distintos, nomeadamente, em alumínio, poliuretano, silicone e em resinas carregadas com grafite. Segue-se uma descrição de cada um dos materiais e as principais características dos mesmos.

#### 5.3.1. Molde em alumínio

O alumínio seleccionado para este molde foi o alumec 89, que se caracteriza como sendo uma liga de alumínio com boas propriedades mecânicas e é usado na indústria da protótipagem e moldes.

As propriedades e características que o alumec 89 pode oferecer, faz dele um material ideal para a protótipagem, de médias séries e que não estejam sujeitos a altas pressões ou a plásticos abrasivos. A utilização do alumec permite tempos de maquinação pequenos, baixo custo de maquinação e pequenos tempos de ciclos.



O alumec 89 possui diversas características, que fazem dele, um material de eleição de moldes para plásticos.

- **Excelente maquinabilidade** – elevada velocidade de corte, reduzidos tempos e baixos custo de maquinação
- **Baixo peso** – o baixo peso, que é aproximadamente 1/3 do peso do aço
- **Elevada condutividade térmica** – os tempos de ciclo são reduzidos e os sistemas de refrigeração menos complexos
- **Boa estabilidade** – deformação mínima durante e depois de maquinação
- **Boa resistência à corrosão** – boa resistência a todos os materiais plásticos
- **Tratamentos superficiais** – o alumec podem ser revestido, com cromo duro ou níquel para aumentar a dureza, a resistência ao desgaste e resistência à corrosão.

**Tabela 5-1** – Propriedades físicas do alumec 89

<b>Propriedades físicas</b>	Densidade	$2.83 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$
	Modulo de elasticidade	$71500 \text{ N/mm}^2$
	Coefficiente de expansão térmica	$23 \times 10^{-6}$
	Condutividade térmica	$165 \text{ W/m}^\circ\text{C}$
	Calor específico	$890 \text{ J/kg}$

### 5.3.2. Moldes em PU

Para a produção das peças foram utilizados dois moldes em poliuretanos, no entanto os poliuretanos utilizados em cada um dos moldes diferem, principalmente no valor da densidade.

Para um dos moldes, foi utilizado um poliuretano de alta densidade da Axson designado por lab 850. Estas placas apresentam boa resistência á abrasão durante a maquinação e são aplicadas em pequenas séries, na produção de caixas ou qualquer outra ferramenta feita em CNC.

#### ■ Propriedades

- Excelente resistência ao impacto
- Boa resistência á abrasão
- Fácil maquinação
- Bom aspecto superficial após a maquinação





Tabela 5-2 – Propriedades físicas do lab 850

<b>PROPRIEDADES FISICAS</b>		
Cor	LAB 850 BE NEW LAB 850 RD NEW	Azul-escuro Vermelho
Densidade a 23°C	ISSO 2781:1988	1.18

Tabela 5-3 – Propriedades mecânicas e térmicas do lab 850

<b>PROPRIEDADES MECANICAS E TERMICAS a 23°C</b>			
Dureza a 23°C a 80°C	ISO 868:1985	Shore D1/D15	80/78 55/-
Desgaste	ISO 5470-1:1999	mm <sup>3</sup>	93
Resistência a compressão	ISO 604:2002	MPa	41
Resistência a rotura em flexão	ISO 178:2001	MPa	57
Modulo de flexão	ISO 178:2001	MPa	1,400
Resistência a rotura em tracção	ISO 527:1993	MPa	35
Deformação a rotura	ISO 527:1993	%	35
Modulo de elasticidade	ISO 527:1993	MPa	1,500
Resistência ao impacto Charpy (ISO 179/1D)	ISO 179:1993	KJ/m <sup>2</sup>	72
Temperatura de transição vítrea	T.M.A.-Mettler	°C	80
Coeficiente de expansão térmica (CTE) [+10,+70]°C	T.M.A.-Mettler	10 <sup>-6</sup> .K <sup>-1</sup>	95

Relativamente ao outro molde produzido foi utilizado um outro poliuretano, que se caracteriza por ter uma densidade inferior ao poliuretano utilizado no molde em PU anterior. Este material designa-se por Prolab 65 (Axson), é comprado em placas que são posteriormente maquinadas. Tem como principais aplicações a realização de modelos, maquetes.

▪ **Características**

- Grande facilidade de maquinação manual e mecânica
- Formação de aparas
- Boa estabilidade
- Corte fácil

**Tabela 5-4** – Propriedades do prolab 65

Propriedades			
Dureza	63	Shore D	ISO 868-85
Coeficiente de dilatação térmica linear (CTE)[+10, 60]°C	75	$10^{-6}\text{m/m.K}$	T.M.A. METTLER
Temperatura de transição vítrea	85	°C	T.M.A. METTLER
Resistência à rotura a flexão	34	MPa	ISO 178 – 93
Modulo de elasticidade a flexão	1000	MPa	ISO 178 – 93
Resistência à compressão no limite de fluência	28	MPa	ISO 178 – 93
Resistência ao choque CHARPY	11	KJ/m <sup>2</sup>	ISO 179/1D – 94
Densidade	0.65	g/cm <sup>3</sup>	ISO 2781-88

### 5.3.3. Molde em resinas com grafite

Para a produção de peças foi utilizado um molde feito através do vazamento de resinas de poliuretano, utilizando-se a resina Biresin L84 da Silka com partículas de grafite. Desta forma há um reaproveitamento dos resíduos de grafite resultantes da electroerosão, que na maior parte das vezes os utilizadores não sabem que destino lhe dar.

#### ■ Principais aplicações da resina

- Manufactura de moldes laminados
- Manufactura de moldes para termoformação
- Para laminados com fibras de vidro ou carbono
- Manufactura

#### ■ Propriedades da Resina

- Possível adição de fibras de vidro
- Boa resistência ao calor e mecânica, especialmente depois da cura
- Com a adição do endurecedor Biresin S12 a cura torna-se mais rápida e a desmoldação ocorre mais cedo
- Com a adição do endurecedor Biresin L84T o “potlife” torna-se mais extenso e a temperatura de distorção de calor é mais alta.


**Tabela 5-5-dados de processamento da resina Biresin L84**

<b>DADOS DE PROCESSAMENTO</b>		
Relação de mistura da resina Biresin L84	Endurecedor	<b>Biresin L84</b>
	Partes por peso	100:25
Viscosidade da mistura, 25°C mPas		390
Potlife,500g/RT min		40
Tempo de desmoldação, RT hh		24

**Tabela 5-6 – Dados físicos da resina Biresin L84**

<b>Dados físicos (valores aproximados)</b>					
<b>Resina Biresin L84</b>	<b>com endurecedor</b>		<b>Biresin L84</b>	<b>Biresin S12</b>	<b>Biresin L84T</b>
<b>Densidade</b>	ISO 1183	g/cm <sup>3</sup>	1.1		
<b>Dureza</b>	ISO 868	-	D82	D84	D86
<b>Modulo E</b>	ISO 178	MPa	3.600	3.400	3.000
<b>Resistência a flexão</b>	ISO 178	MPa	76	130	131*
<b>Resistência a compressão</b>	ISO 604	MPa	118	120	127
<b>Resistência á tracção</b>	ISO 527	MPa	87/74*	77	73*
<b>Resistência ao impacto</b>	ISO 179	KJ/m <sup>2</sup>	17/21*		
<b>Temperatura de distorção do claro</b>	ISO 75B	°C	100*	91*	110**

\* Valores depois da pós-cura 2h/80°C

\*\* Valores depois da pós-cura 15H/80°C



### 5.3.4. Molde em silicone

Para a produção das peças foi também produzido um molde em silicone. O silicone utilizado designa-se por Köraform A 50, este material caracteriza-se essencialmente por:

- Baixa viscosidade para facilitar o vazamento
- Tensão elevada
- Cura ocorre sem contracção a temperatura ambiente
- A cura pode ser acelerada na presença de calor
- Boa reprodução do master

**Tabela 5-7:** Algumas propriedades do silicone utilizado

	<b>Köraform A 50A</b> Componente A	<b>Köraform A 50 B</b> Componente B	
<b>Cor</b>	Bege	Azul	
<b>Viscosidade</b>	60 000	1 200	mPa·s 1)
<b>Densidade</b>	1,35	0,97	DIN 53 479 1)
<b>Mistura</b>			
<b>Ratio a mistura</b>	10: 1	por peso	
<b>Viscosidade</b>	28 000	mPa·s	1)
<b>Pot Life</b>	60	min	1)
<b>Tempo para desmoldar</b>	12	h	1)
<b>Material vulcanizado</b>			
<b>Dureza Shore A</b>	50		DIN 53 505 1)
<b>Tensão</b>	4,3	N/mm <sup>2</sup>	DIN 53 504 S 3 A 2)
<b>Deformação</b>	370	%	DIN 53 504 S 3 A 2)
<b>Taxa de corte</b>	13	N/mm	ASTM D 624 Form B 2)
<b>Contracção</b>	0,1	%	Após 7 dias 1)

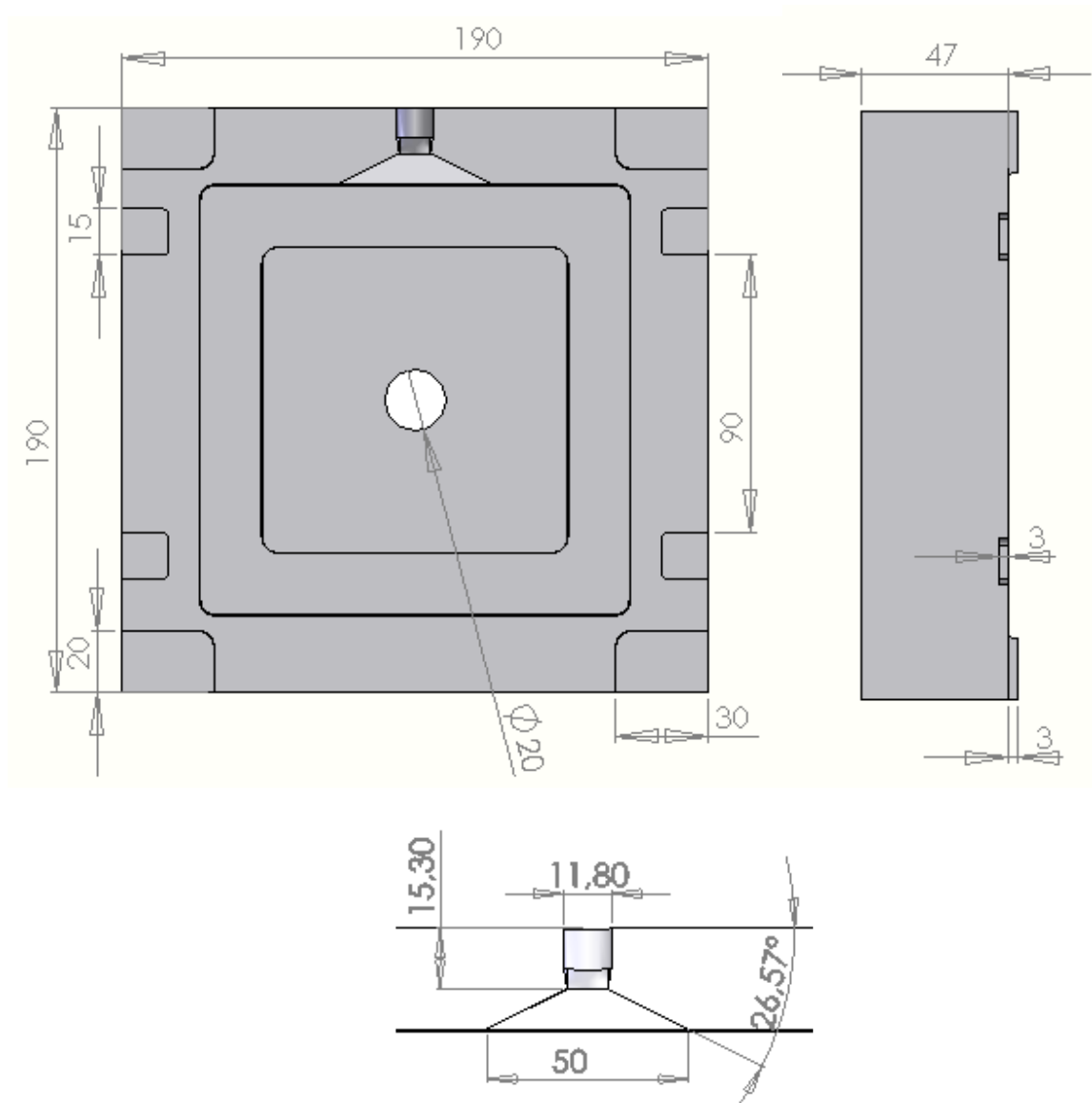
1) = Measured at Standard Climate according to DIN 50 014-23/50-2

2) = Vulcanized Material, measured after 14 days of storage at Standard Climate, DIN 50 014-23/50-2

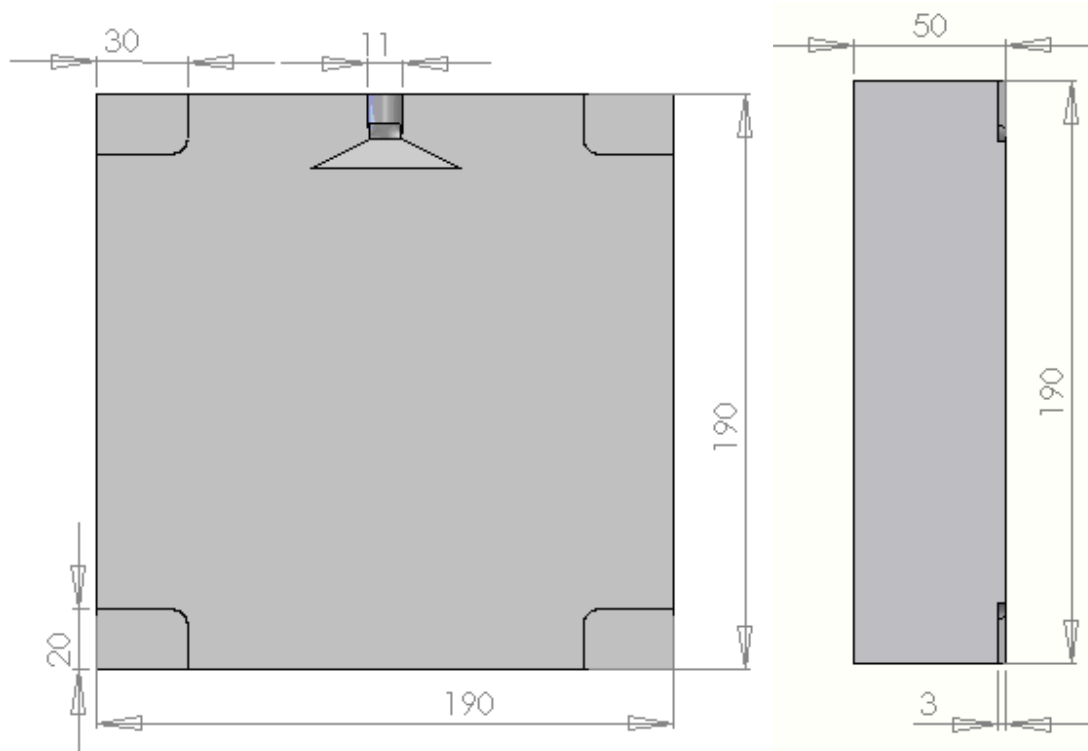


## 5.4. Moldes

Neste trabalho irá ser estudado a influência dos materiais dos moldes no desempenho mecânico das peças. Posto isto, para a produção das peças, irão ser utilizados moldes com estruturas semelhantes, diferindo apenas no material de que são feitos. Assim sendo, irão ser utilizados 5 moldes, um deles em alumínio, um em resinas vazadas com partículas de grafite, outro em silicone e por fim dois moldes em poliuretano (placas em poliuretano com diferentes densidades).



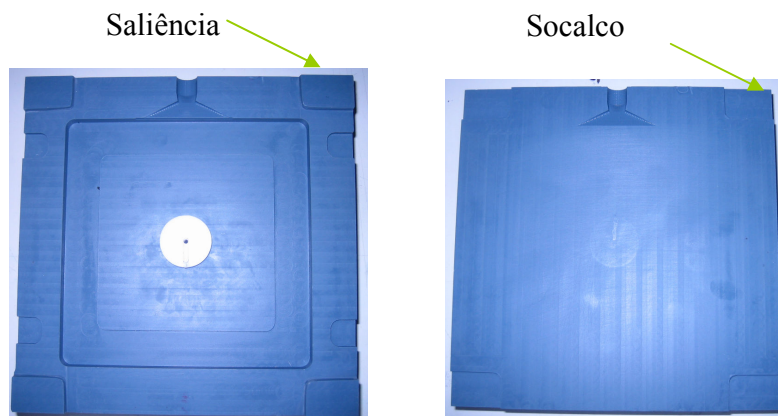
**Figura 5-2** Principais dimensões da placa das cavidades



**Figura 5-3** Principais dimensões da placa das buchas

A estrutura do molde é muito simples, constituída apenas por duas placas. Possui um ataque em lâmina e existem alguns rasgos maquinados na superfície da placa que permitem o escape de gases. No entanto a maior parte do escape de gases é feita através do plano de partição. Esta placa possui um orifício no centro, que permitirá a colocação posterior de um postigo. Uma das partes do molde possui uma superfície plana (não maquinada) uma vez que é esta placa que molda a parte de trás da peça. Os socacos e as saliências têm como finalidade facilitar a abertura do molde.

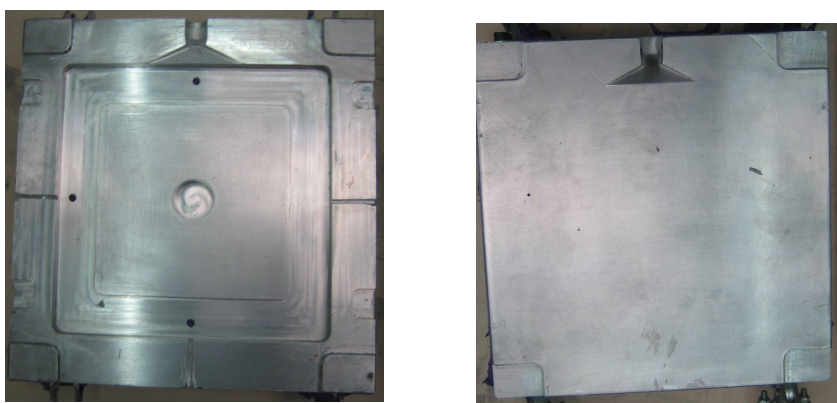
Nas figuras abaixo esta também representada a colocação do postigo na placa. Este postigo irá permitir a moldação do centro da peça e poderá ter diferentes formas assim como diâmetros ou tamanhos. Neste trabalho optou-se por uma forma cilíndrica com diâmetro de 30mm. O postigo possui um pequeno orifício no centro e um pequeno rasgo ao longo do diâmetro de forma a permitir a colocação do sensor durante a produção da peça.



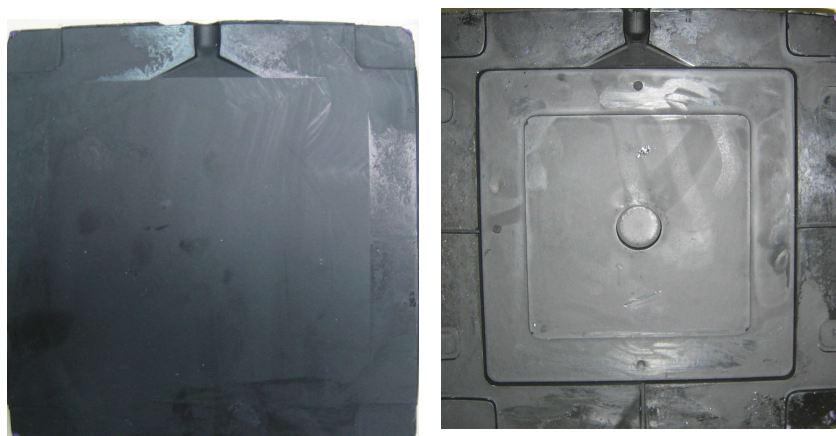
**Figura 5-4** a), b) Molde em lab 850



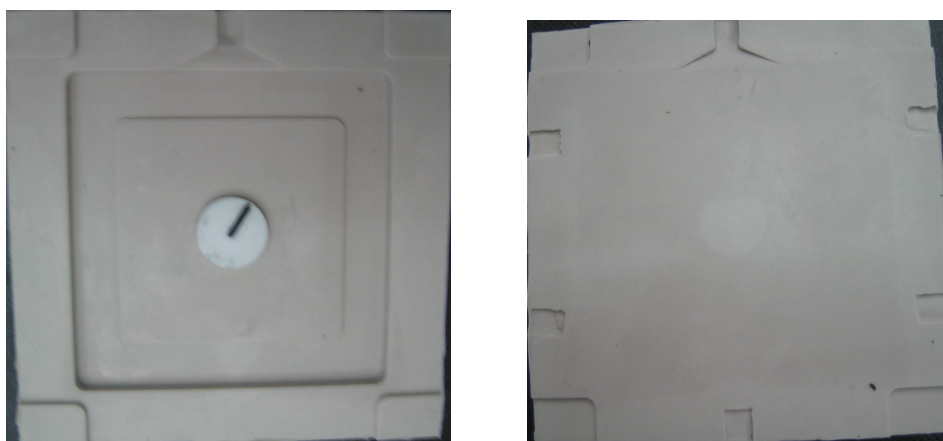
**Figura 5-5-** Molde em prolab 650



**Figura 5-6-** Molde em alumínio



**Figura 5-7-** Molde em resina com carga de grafite



**Figura 5-8-** Molde em silicone

## **5.5. Técnicas de fabrico dos moldes**

Os moldes feitos em poliuretanos, lab 850 e Prolab 65 e o molde em alumínio foram obtidos através de processos substractivos usando uma máquina de maquinação, a roland MDX 650.

Os restantes moldes foram obtidos através de métodos indirectos de fabrico rápido de ferramentas, nomeadamente por vacuum casting.





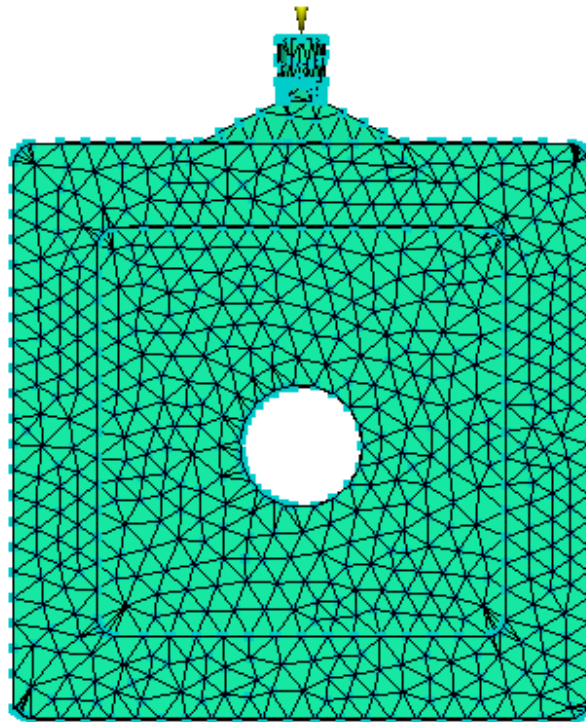
## 5.6. Simulação

Para este trabalho foi realizada uma simulação de enchimento no programa Moldflow na opção reactive moulding, de forma a obter informações fundamentais acerca do processamento da peça em questão.

Para tal, foram realizadas varias simulações de enchimento, onde se variou diferentes parâmetros nomeadamente o tipo de malha, a temperatura do molde e a temperatura dos reagentes.

Relativamente a selecção do material para a simulação, houve necessidade de criar uma nova base de dados, introduzindo as características do material que foi utilizado no processamento destas peças (RIM 876/900), uma vez que este material não se encontrava na base de dados existente no Moldflow.

Sobre o RIM 876/900 foram introduzidas as propriedades mecânicas, térmicas, cinéticas, reológicas e também as condições de processamento. Estas propriedades foram retiradas da ficha técnica fornecida pelos produtores deste material e de trabalhos já realizados (encontram-se no anexo 2.1). Relativamente às condições pVT houve uma grande dificuldade em encontrar informações sobre estas propriedades do RIM 876/900, pelo que a simulação foi realizada sem a introdução das mesmas.



**Figura 5-9-** Criação da malha na peça



Nas simulações para este trabalho foram realizadas uma série de 18 simulações usando o tipo de malha fusion, onde foi variada a temperatura do molde, a temperatura dos reagentes e também o tempo de cura. O tempo e pressão de injeção utilizada foi respectivamente 8s e 0.5MPa. As condições de processamento utilizadas para esta simulação de enchimento, estão representadas na tabela abaixo.

**Tabela 5-8** – Parâmetros usados

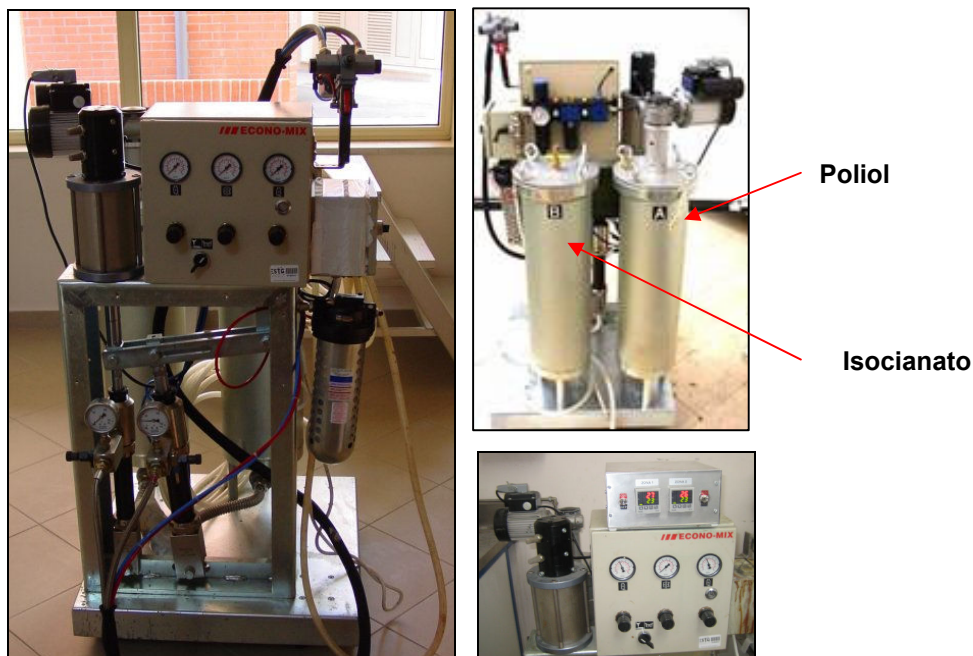
	<b>Temperatura superfície do molde (°C)</b>	<b>Temperatura do fundido (°C)</b>	<b>Tempo de cura (s)</b>
<b>Simulação 1</b>	<b>30</b>	<b>30</b>	360
<b>Simulação 2</b>	30	<b>60</b>	360
<b>Simulação 3</b>	30	<b>80</b>	360
<b>Simulação 4</b>	30	30	<b>600</b>
<b>Simulação 5</b>	30	60	<b>600</b>
<b>Simulação 6</b>	30	80	<b>600</b>
Simulação 7	<b>40</b>	<b>30</b>	360
Simulação 8	40	<b>60</b>	360
Simulação 9	40	<b>80</b>	360
Simulação 10	40	30	<b>600</b>
Simulação 11	40	60	<b>600</b>
Simulação 12	40	80	<b>600</b>
<b>Simulação 13</b>	<b>50</b>	<b>30</b>	360
<b>Simulação 14</b>	50	<b>60</b>	360
<b>Simulação 15</b>	50	<b>80</b>	360
<b>Simulação 16</b>	50	30	<b>600</b>
<b>Simulação 17</b>	50	60	<b>600</b>
<b>Simulação 18</b>	50	80	<b>600</b>



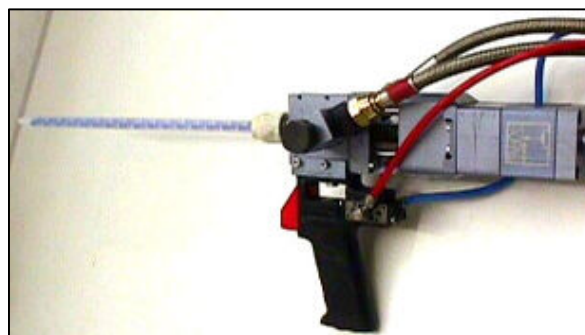
## 5.7. Produção das moldações

### 5.7.1. Processo

Para realização da parte experimental da presente tese foi necessário a produção de peças em poliuretano para cada condição. Para tal foi então utilizada a técnica RIM (Reaction Injection Moulding), que como já foi referido anteriormente caracteriza-se pela injeção de material reactivo a baixa pressão e consequente mistura dos dois componentes na cabeça de mistura, antes da entrada do material no molde. Este equipamento possui uma estrutura e constituição simples e seu manuseamento é relativamente fácil.



**Figura 5-10** – Equipamento de RIM Dopag EconoMix Compact com capacidade de injectar cerca de 3 lts/min



**Figura 5-11** – Cabeça de mistura



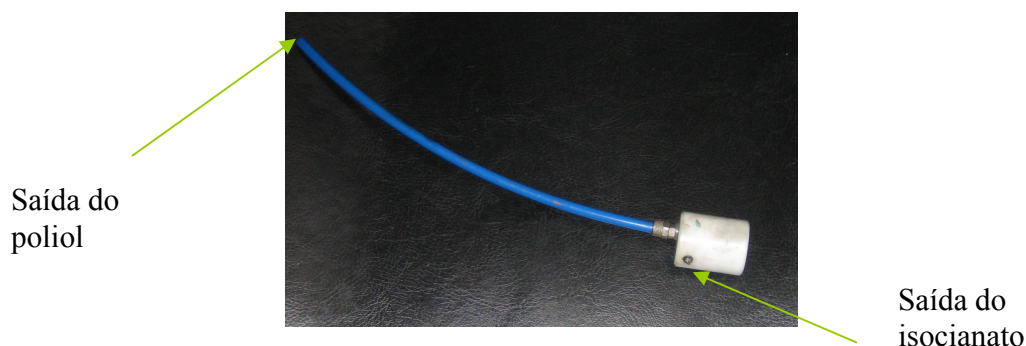
**Figura 5-12-** Cilindros de mistura

#### ■ *Descrição do processo*

Antes de ligar a máquina é necessário fazer a ligação dos tubos de pressão aos reservatórios de cada um dos componentes, para que sejam puxados para o sistema.

Após a ligação da máquina e dependendo das condições de processo que se quer variar, deve-se verificar no controlador a temperatura dos reagentes e pressão com que o material esta a ser injectado. A temperatura dos reagentes lida nos mostradores, não corresponde exactamente a temperatura a que se encontram os reagentes, mas sim uma aproximação, porque os sensores de temperatura estão colocados no exterior dos reservatórios de cada um dos componentes.

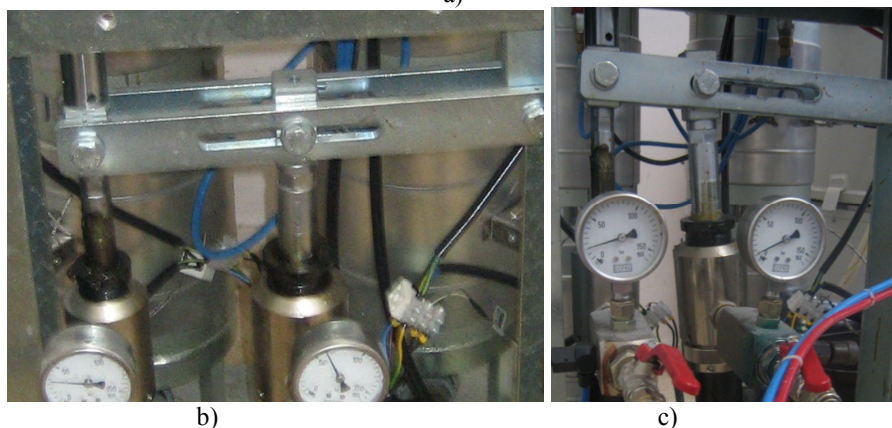
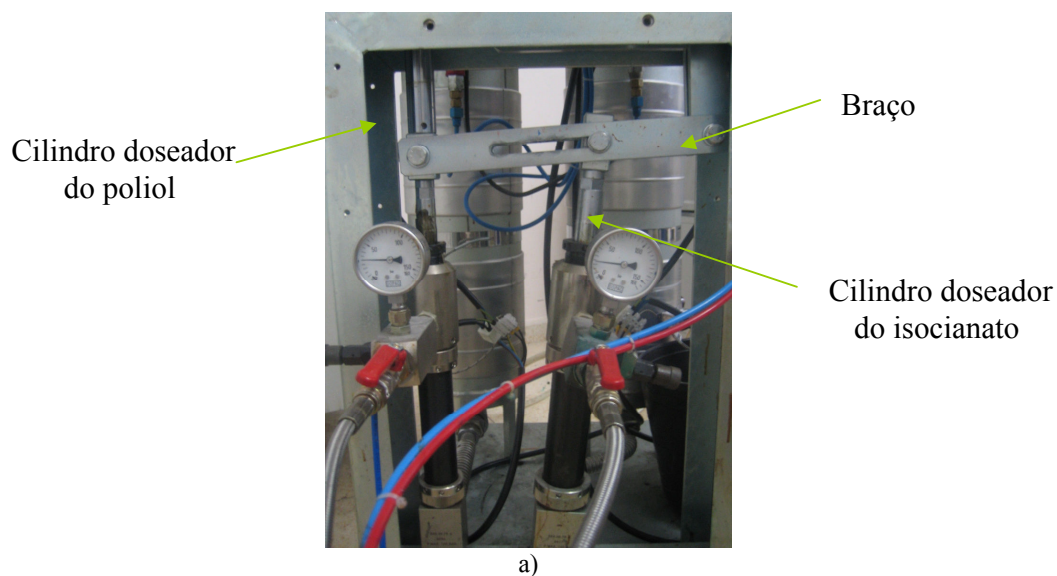
Antes de injectar é necessário verificar a quantidade de cada componente que está a ser injectada, para tal utiliza-se o dispositivo auxiliar representado na figura 5.13, que permite injectar o material separadamente.



**Figura 5-13–** Dispositivo auxiliar



Para variar a quantidade de cada componente é necessário alterar a inclinação do cilindro doseador do isocianato. A bomba está directamente ligada ao cilindro doseador do polioli, que por sua vez tem fixo a si um braço, braço este que se encontra apoiado na outra extremidade da máquina. A este braço está também ligado o cilindro doseador do isocianato. Quando a bomba acciona o cilindro doseador do polioli (movimento para cima e para baixo), o braço também irá sofrer o mesmo movimento, e é este movimento do braço que faz accionar o cilindro doseador do isocianato. Quando se pretende alterar as quantidades de polioli e isocianato, é necessário deslocar o cilindro doseador do isocianato para a posição que permite obter as quantidades desejadas (fig.5.14). No entanto para o equipamento RIM em questão só é possível variar a quantidade de componente de 40 a 60%.



**Figura 5-14**– Sistema de dosificação dos componentes: a) 60% de polioli e 40% de isocianato; b) 50% de polioli e 50% de isocianato; c) 40% de polioli e 60% de isocianato



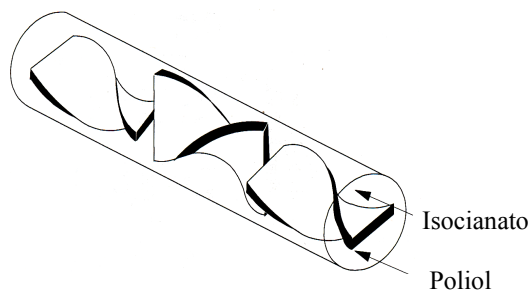
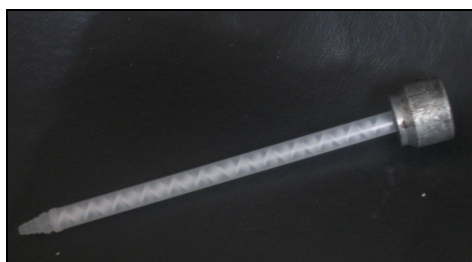
Após cada ciclo, deve ser colocado desmoldante no interior do molde para facilitar a abertura do molde e posterior desmoldação da peça, uma vez que ambas são feitas manualmente. O desmoldante utilizado para este trabalho experimental foi o multimix-Klarlack MS.

Após a colocação do desmoldante, o molde é fechado e devido às baixas pressões envolvidas, o fecho do molde é feito através da colocação de grampos que permitem o fecho rápido do molde e impedem a abertura do molde durante a injeção.

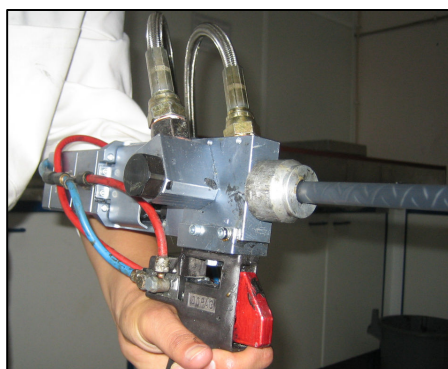
Antes de iniciar a injeção deve-se ter em atenção a posição em que o molde é colocado, pois representa um importante factor na forma como o fluido se distribui ao longo da peça, que pode originar prisão de gases e consequentemente afectar a qualidade superficial da peça. Na peça em questão a injeção foi realizada com o molde na posição horizontal.

Nesta técnica são utilizadas canas de mistura (C00608 da Axson) que são colocados na cabeça de mistura e tem como finalidade promover a mistura dos dois componentes antes da entrada do material no molde. Para aumentar a qualidade da mistura, existe no interior das canas uma espiral em todo o seu comprimento. No entanto para obter uma boa mistura é necessário ter em atenção o comprimento da cana que se está a utilizar, assim sendo, um tubo com maior comprimento promove melhores misturas. A cana misturadora possui uma ponta em bico que permite a injeção directa do material no molde e ao fim de cada injeção a cana de mistura tem de ser substituída por uma nova cana.





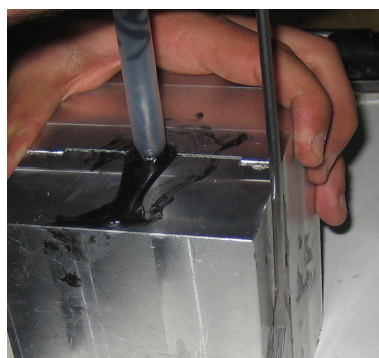
**Figura 5-15 – Cana de mistura**



**Figura 5-16 – Colocação da cana na cabeça de mistura e no molde**

Após a injeção do material no molde, existe um período de tempo (cerca de 10 min) no qual ocorre a cura do material. Durante este período de tempo a cana de mistura deve permanecer no molde, de forma a evitar o recuo do material pelo bico de injeção e consequentemente obtenção de moldações incompletas.

Posteriormente é feita, manualmente a abertura do molde, com o auxílio de equipamentos auxiliares, tais como a chave de fendas, como se ilustra na figura 5.17, e é retirada a peça.



**Figura 5-17– Abertura do molde**

Após cada ciclo o molde é limpo, de forma a retirar as pequenas quantidades de material que se encontram principalmente nas saídas de escape de gases e na linha de partição.



### 5.7.2. Condições de processamento

Neste estudo para além de se variar o material dos moldes, variou-se também as quantidades de cada componente para cada um dos moldes. As quantidades de poliol e isocianato foram variadas nas seguintes proporções:

- 50% / 50%
- 60% / 40%
- 40% / 60%

Para cada condição e respectivo molde serão produzidas várias peças e cada peça permite obter quatro provetes para ensaios de tracção e um provete para ensaio de flexão e outro para ensaios de impacto. Destas duas peças ainda serão retiradas as amostras para ensaios de microscopia.

Os moldes utilizados foram aquecidos a uma temperatura próxima dos 40°C (temperatura recomendada pelo fornecedor de matéria prima) e foi feito um registo de temperaturas desde a injeção, passando pela cura do material até a extracção da peça. Estas temperaturas foram medidas através de um termopar (tipo K) e registadas num computador. Após a extracção as peças foram sujeitas a uma pós-cura (numa estufa) durante 4h, a uma temperatura de 80°C, conforme recomendado na ficha técnica do sistema RIM.




**Tabela 5-9:** variação da quantidade dos componentes

<b>MOLDE</b>	<b>Peças</b>	<b>Quantidade dos componentes (%)</b>	<b>Pressão (bar)</b>	<b>Temperatura molde (°C)</b>	<b>Temperatura Reagentes (°C)</b>
<b>Prolab 65</b>	J	52.6% Iso 47.4% Pol	6.0	44.3	<b>22.0</b>
	K	61.5% Iso 38.5% Pol	6.0	43.1	<b>22.0</b>
	L	42.5% Iso 57.5% Pol	6.0	40.4	<b>22.0</b>
<b>Lab 850</b>	M	52.6% Iso 47.4% Pol	6.0	44.0	<b>22.0</b>
	N	61.5% Iso 38.5% Pol	6.0	41.7	<b>22.0</b>
	O	42.5% Iso 57.5% Pol	6.0	40.8	<b>22.0</b>
<b>Aluminio</b>	G	51% Iso 49% Pol	6.0	40	<b>23.0</b>
	H	42% Iso 58%Pol	6.0	40	<b>26.0</b>
	I	59% Iso 41% Pol	6.0	40	<b>25.0</b>
<b>Resina com Grafite</b>	S	53.3% Iso 46.7% Pol	5.5	37.3	<b>25.1</b>
	T	58.6% Iso 41.4% Pol	5.5	36.5	<b>25.3</b>
	U	43.1% Iso 56.9% Pol	6.0	37.7	<b>24.3</b>
<b>Silicone</b>	P	51% Iso 49% Pol	6.0	40	<b>23.0</b>
	Q	42% Iso 58%Pol	6.0	40	<b>26.0</b>
	R	59% Iso 41% Pol	6.0	40	<b>25.0</b>



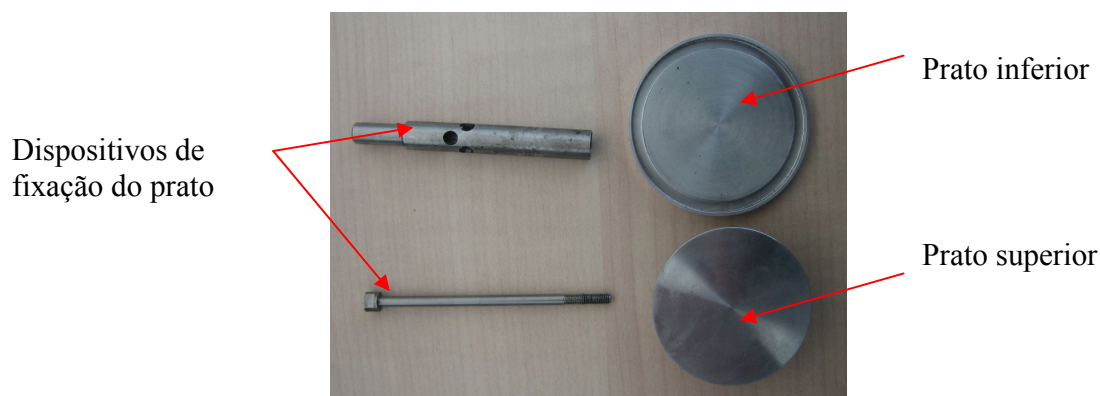
## 5.8. Caracterização

### 5.8.1. Viscosidade

A viscosidade é uma das variáveis que caracteriza reologicamente uma substância. Num sentido amplo, entende-se por propriedade reológica aquela que especifica a deformação ou a taxa de deformação que uma substância apresenta quando sujeita a uma tensão. Dependendo do comportamento reológico da substância pode-se classificá-la em puramente viscosa ou elástica esta classificação baseia-se em modelos lineares que relacionam a deformação à tensão aplicada no material.

Usualmente este tipo de ensaios é mais aplicado em termoplásticos, no entanto também pode ser realizado em termoendurecíveis, permitindo assim analisar o comportamento da viscosidade ao longo do processo de cura. Um dos principais factores que mais contribui para a não realização deste tipo de ensaios em termoendurecíveis deve-se ao facto de após ter ocorrido a reticulação dos termoendurecíveis não é possível voltar a aquecer o material, ou seja quando o processo de cura é bastante rápido a análise torna-se mais complicada. Outro grande problema dos termoendurecíveis prende-se com o facto deste material depois de curado ser extremamente difícil de ser removido do reómetro podendo danificá-lo.

Assim sendo foi desenvolvido um sistema de equipamentos auxiliares que são facilmente adaptados e retirados do reómetro. Este sistema é constituído por um suporte, o qual permite o acoplamento do prato superior numa das extremidades e a extremidade oposta encaixa no reómetro, é também constituído por um prato inferior descartável e pelo respectivo dispositivo de fixação do prato. Nas figuras abaixo estão representados os vários dispositivos e também esta representado o esquema de montagem.





**Figura 5-18** – Conjunto de dispositivos para termoendurecíveis



a)



b)

**Figura 5-19** – Esquema de montagem: a) prato superior b) prato inferior

No presente caso foi analisada a viscosidade ao longo do processo de cura resultante da mistura de polioli e isocianato e para tal foi utilizado um reômetro capilar (reológica stress tech HR). Assim sendo foi necessário recorrer a mecanismos de medição dos componentes e mistura de forma a demorar o menos tempo possível no início do ensaio, uma vez que a cura desta mistura é bastante rápida. Foram então, utilizadas seringas uma para cada material, onde se mediu a quantidade de material para cada uma das diferentes misturas. Para o ensaio foi utilizado uma quantidade total de 2ml da mistura. De seguida os materiais foram colocados em simultâneo no prato inferior do reômetro, baixou-se o prato superior e foi aplicado uma taxa de corte de 1.000 1/s durante 20.0 s, para promover alguma mistura dos dois componentes antes de iniciar o ensaio propriamente dito. As percentagens dos componentes para as quais foi determinado o comportamento viscoelásticos são as mesmas utilizadas na produção das peças, isto é 40%, 50% e 60% de polioli, conforme indicado na tabela abaixo. Antes de iniciar este processo é necessário definir os parâmetros do ensaio.

**Tabela 5-10** – Condições utilizadas no ensaio reológico

Temperatura	% Poliol	Tensão (Pa)
30	60	50
	50	50
	40	50
50	60	100
	50	100
	40	100
70	60	100
	50	100
	40	100
90	60	100
	50	100
	40	100

Para a determinação da tensão foi realizado um ensaio de varrimento da tensão para cada uma das temperaturas e com uma percentagem de 50% de poliol, onde se utilizou uma frequência de 1Hz e a uma deformação constante de 1%.

No ensaio de determinação da viscosidade propriamente dito foi utilizada também uma frequência de 1Hz e uma deformação de 1%, e ainda foi definido um gap de 1mm e a duração do ensaio foi de 360s.

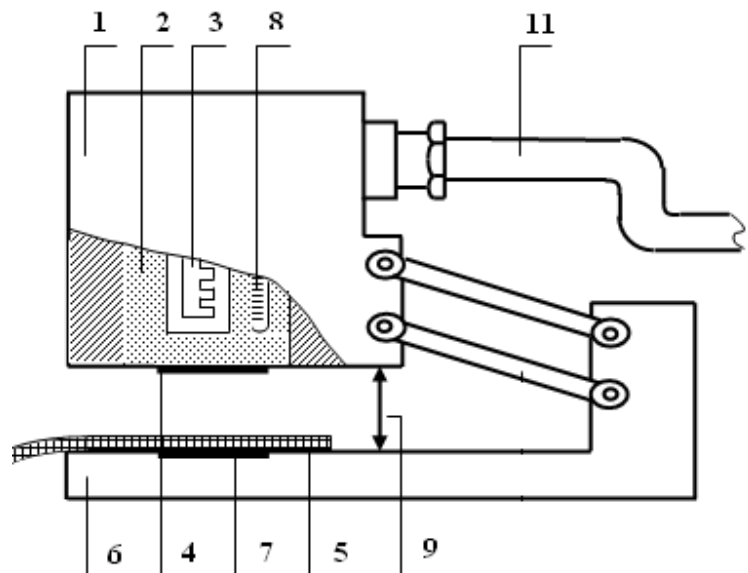
### 5.8.2. Condutividade térmica

A transferência de calor do material do molde é de extrema importância uma vez que tem influência directa na cinética de cura e consequentemente no microestrutura e propriedades mecânicas da peça. A taxa de remoção de calor do material do molde depende das propriedades térmicas, nomeadamente da condutividade térmica, difusividade térmica e calor específico.

Como foram utilizados diferentes materiais para os moldes e como o objectivo central deste trabalho consiste na análise da influência do material do molde nas propriedades finais das peças torna-se fundamental determinar o valor da condutividade térmica dos materiais usados.



De forma a avaliar a condutividade do material foi utilizado um equipamento existente na Universidade do Minho, no qual é colocado uma amostra do material a utilizar e o equipamento mede o fluxo de calor através de fluxímetros que se encontram em ambos os pratos do equipamento. Nas figuras abaixo pode ser visualizado o equipamento no qual se realizaram os ensaios de determinação de condutividade. Este equipamento é denominado por Alambeta e é essencialmente constituído por: 1-Cabeça de medição; 2-bloco de cobre; 3-resistencia; 4 e 7 – pratos; 5-amostra; 6-base do equipamento; 8-termometro; 9-distancia entre pratos.

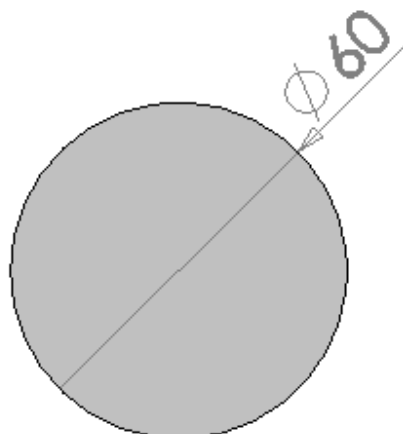


**Figura 5-20-**Equipamento de medição da condutividade (Alambeta)

Na cabeça do equipamento existe uma resistência que aquece até uma temperatura de 32°C. A temperatura é controlada por um termómetro que se encontra também na cabeça do aparelho. Em ambos os pratos é colocado um fluxímetro que irá medir o fluxo de calor em ambos os lados da amostra.

Para além da condutividade térmica este equipamento permite determinar outras propriedades térmicas, tais como, a difusividade térmica, absorvidade térmica e a resistência térmica

Na figura seguinte esta representada a geometria e a principal dimensão da amostra utilizada para a realização deste ensaio, no entanto salienta-se que as amostras utilizadas deveriam ter dimensões maiores, para melhor rigor na medição.



**Figura 5-21-** Geometria da amostra utilizada

Relativamente a espessura, as amostras foram maquinadas com uma espessura de 3mm, no entanto foi necessário proceder a acabamentos superficiais de forma a diminuir a rugosidade superficial que tem uma influência significativa na medição da condutividade térmica. Para tal foi utilizada uma polideira para diminuir a rugosidade.

Depois de colocada a amostra o ensaio inicia-se com a descida do prato superior o qual esta aquecido a uma temperatura próxima dos 32°C e o calor do prato fluí para peça, alterando assim a temperatura da superfície da peça e o equipamento regista o fluxo de calor através dos fluxímetros. Simultaneamente, um sensor fotoelétrico mede as densidades de amostra. Todos os dados são processados no equipamento de acordo com um programa original que envolve um modelo matemático característico de um regime transiente.


**Tabela 5-11:** grandezas obtidas na alambeta

Símbolo	Grandezas	Relações	Unidades
h	Espessura	---	<b>mm</b>
$\lambda$	Condutividade térmica	$\lambda = \frac{q}{\Delta t}$	<b>W/mK</b>
r	Resistência térmica	$R = \frac{h}{\lambda}$	<b>m<sup>2</sup>K/W</b>
a	Difusividade térmica	$a = \frac{\lambda}{\rho \times c}$	<b>m<sup>2</sup>/s</b>
b	Absorvidade térmica	$b = (\lambda \times \rho \times c)^{1/2}$	<b>Ws<sup>1/2</sup>/m<sup>2</sup>K</b>
q	Fluxo de calor	$q = b \times \Delta t / (\pi \times \tau)^{1/2}$	<b>W/m<sup>2</sup></b>

### 5.8.3. Determinação da temperatura

Quando se utilizam moldes produzidos com diferentes materiais e com condutividades distintas, o processo de eliminação do calor da cavidade durante a reacção de cura irá ser diferente. Assim sendo, nos moldes feitos em materiais menos condutores, a cavidade irá estar a uma temperatura mais elevada o que terá efeito no processo de cura.

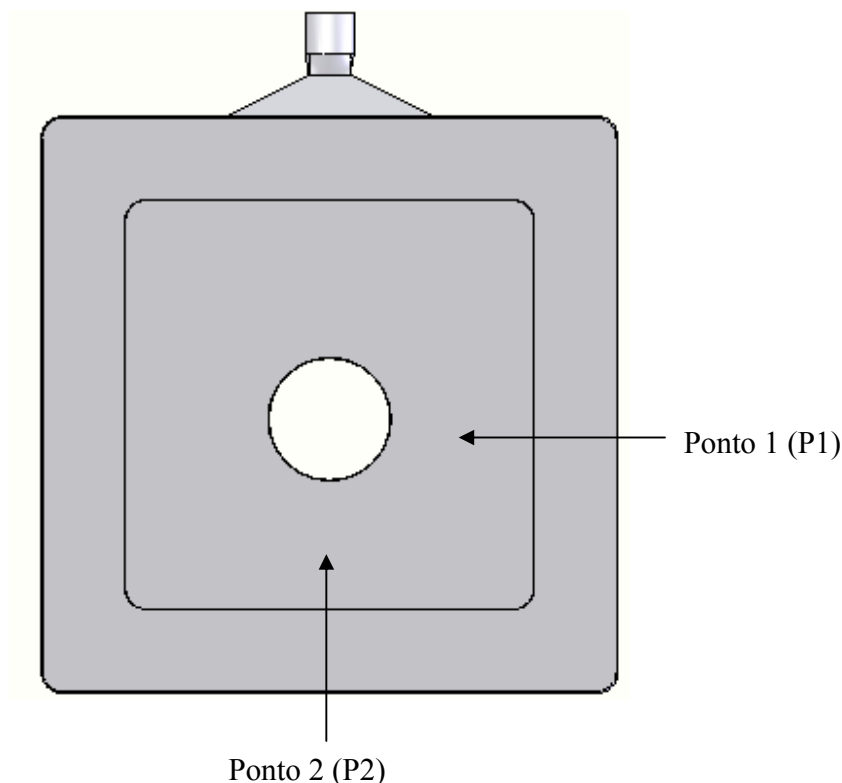
Para uma melhor compreensão do processo de cura nos diferentes moldes é fundamental obter um registo dos valores das temperaturas que se atinge na cavidade.

Durante a produção das peças foi feito um registo da temperatura desde a injeccção até a desmoldação da peça. Esta análise consistiu na medição da temperatura inicialmente no interior da peça e posteriormente na superfície da peça (na cavidade).

#### 5.8.3.1. Interior da peça

Para proceder à leitura da temperatura foram utilizados o molde de alumínio e o de silicone. Para cada molde foi feita ainda a aquisição dos valores de temperatura para diferentes percentagem dos componentes.

Usaram-se termopares tipo k, que foram colocados no interior da cavidade, ou seja, depois da injeccção os termopares ficaram alojados no interior da peça, registando assim a temperatura no seu interior. Em cada peça foram colocados termopares em dois locais distintos da peça, conforme indicado na figura 5.22. Os termopares foram ligados a um medidor da temperatura, da ómega (HH506R), que por sua vez estava ligado a um computador e no qual foi feito a aquisição da temperatura.



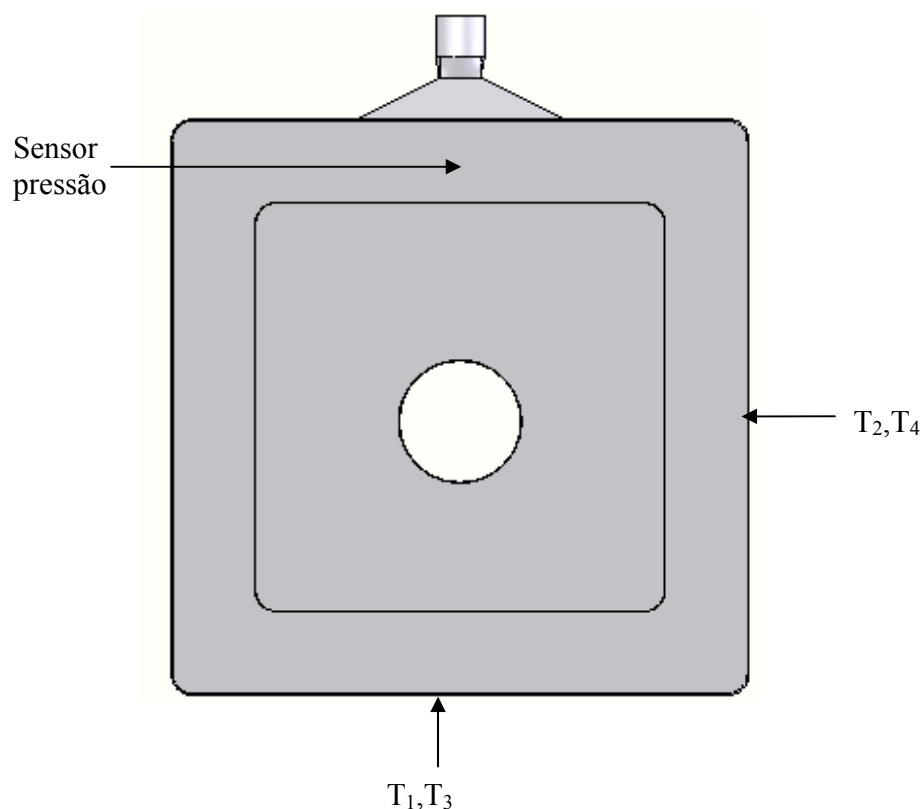
**Figura 5-22** – Localização dos termopares

### 5.8.3.2. Superfície da peça

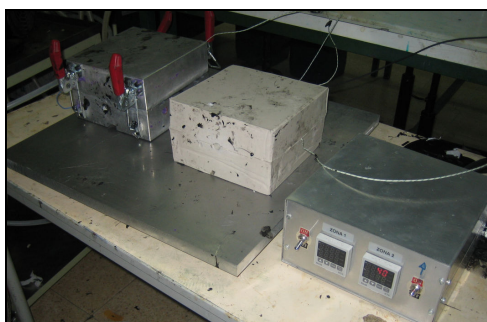
Para além, de medir a temperatura no interior da peça foi feito um registo da temperatura na superfície da peça, ou seja, a temperatura atingida na cavidade do molde. Nesta parte experimental, foi ainda realizada uma leitura da pressão durante a injeção.

Para proceder a aquisição dos valores foram colocados dois termopares e um sensor de pressão em cada molde, posicionados em sítios distintos conforme representado na figura 5.23. Os termopares utilizados eram tipo k e o sensor da pressão era da Kistler, possuindo uma sensibilidade de 9,4. Os termopares e o sensor de pressão foram ligados a um sistema de aquisição de dados da Kistler (fig.5.25) e posteriormente os valores foram adquiridos num computador. Para esta experiência foram utilizados os mesmos moldes usados na experiência anterior e as percentagens dos materiais também foram as mesmas.





**Figura 5-23** – Localização dos termopares e do sensor da pressão



**Figura 5-24** – Ligação dos termopares aos dois moldes utilizados



a)

b)

c)

**Figura 5-25** – Sistema de aquisição: a) pormenor da ligação do sensor de pressão e dos termopares; b) vista geral; c) pormenor da ligação do sistema ao computador

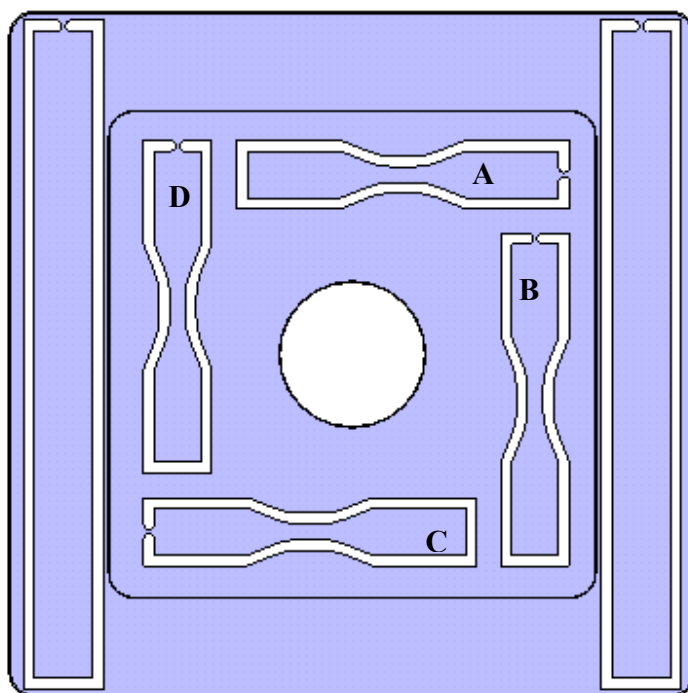


#### 5.8.4. Propriedades Mecânicas

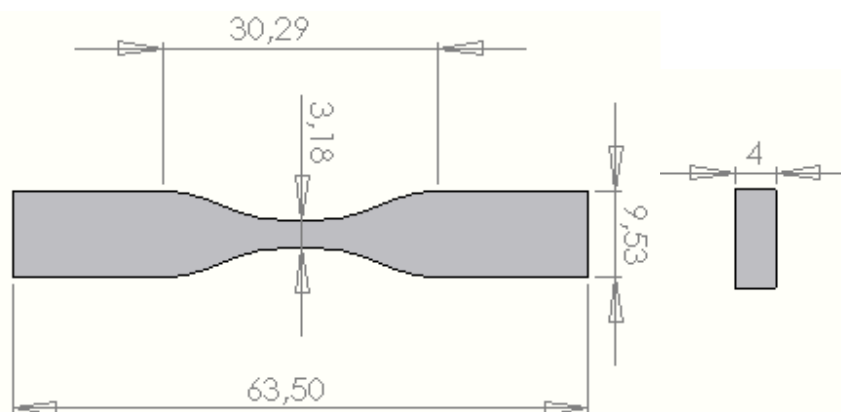
Para a caracterização das propriedades mecânicas das peças obtidas foram realizados diversos ensaios, nomeadamente, ensaios de tracção, flexão em três pontos, impacto e fractura.

##### 5.8.4.1. Ensaios de tracção

Para a realização dos ensaios de tracção foi necessário proceder á maquinação de provetes normalizados. De cada uma das peças foram retirados 4 provetes, cuja configuração está representada na figura 5.26. Na figura 5.27 estão representadas as dimensões gerais do provete. Estes provetes foram maquinados utilizando uma Roland MDX20 (fig.5.29). Os ensaios de tracção foram realizados numa instron 4500, segundo a norma D 638-95(anexo 5). A velocidade de ensaio utilizada foi de 10mm/min.



**Figura 5-26**-corte dos provetes para ensaios de tracção



**Figura 5-27-** Dimensões gerais dos provetes para ensaios de tracção



**Figura 5-28-** Ensaio de tracção na Instron

A cada um dos provetes foi atribuída uma letra para posterior identificação. Assim sendo foram feitos ensaios de tracção aos diferentes provetes, ou sejam foram realizados ensaios de tracção aos provetes A e C em separado uma vez que o provete C para além de se localizar no lado oposto ao provete A, esta localizado numa zona onde podem surgir linhas de soldadura. Relativamente aos provetes B e D como tem sensivelmente a mesma localização, foram utilizados os dois tipos de provetes no mesmo ensaio (6 ensaios por condição).

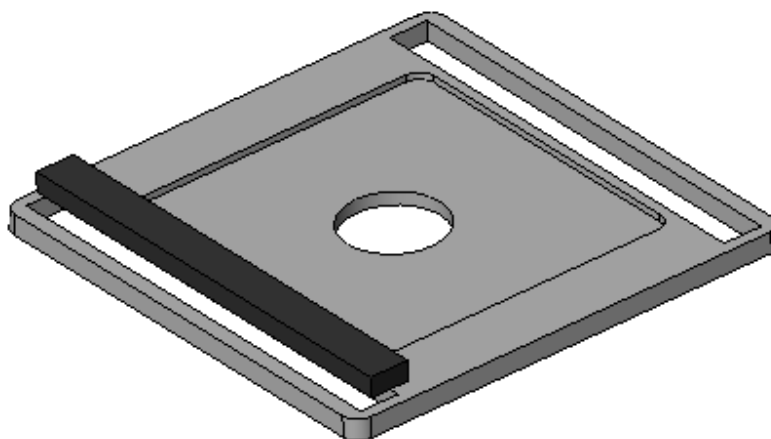


**Figura 5-29-** Plotter 3D-Roland MDX 20

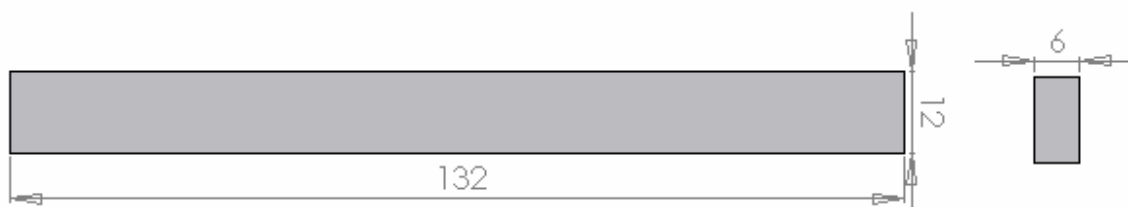


#### 5.8.4.2. Ensaios de flexão

Tal como para os ensaios de tracção, nos ensaios de flexão foi necessário fazer uma preparação prévia das amostras. Assim sendo, utilizou-se a Roland MDX20 para maquinar as peças e produzir provetes normalizados (norma ISO 178-1975-anexo 5) para ensaios de flexão. Nas figuras 5.30 e 5.31 respectivamente, esta representado a forma e o local de onde foram retirados os provetes e as dimensões gerais dos mesmos.



**Figura 5-30-** Corte dos provetes para ensaios de flexão



**Figura 5-31-**Dimensões dos provetes para ensaios de compressão

Após a maquinação de todos os provetes, foram realizados ensaios de flexão em três pontos. Para tal foi necessário determinar a distância entre os apoios (L) e a velocidade de deslocamento da carga (V), conforme representado na figura 5.32. A flexão do provete imposta neste ensaio foi de 30mm.

Consultando a norma podemos verificar que o L será igual:

$$L=16 * h$$

em que

$$1 < h < 10 \text{ para espessuras de } 15 \text{ mm}$$

Como os provetes utilizados têm uma espessura de 12mm, assumiu-se um h de 6, o que dá uma distância entre apoios (L) de 102mm.

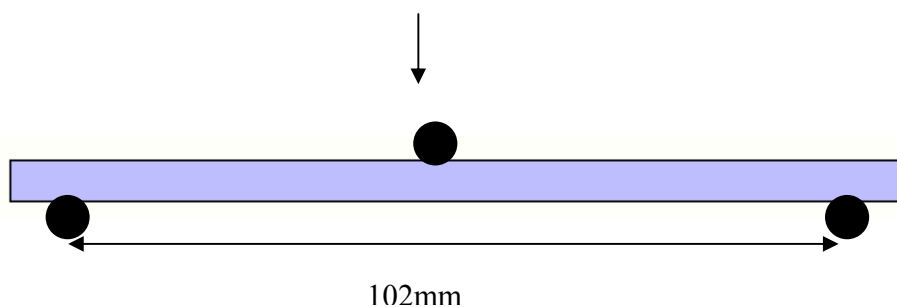


Relativamente a velocidade, esta determina-se através da seguinte formula (norma anexo A2.1):

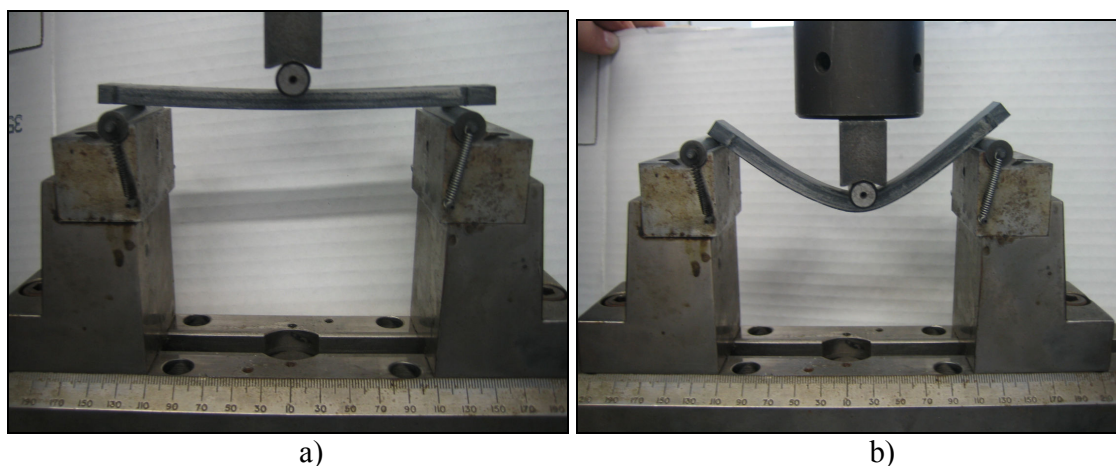
$$V = \frac{S_r L^2}{6h}$$

, (S =0,01)

Posto isto, a velocidade utilizada para o deslocamento da carga neste ensaio foi de 2,89mm/min.



**Figura 5-32-** Esquematização do provete em ensaios de flexão

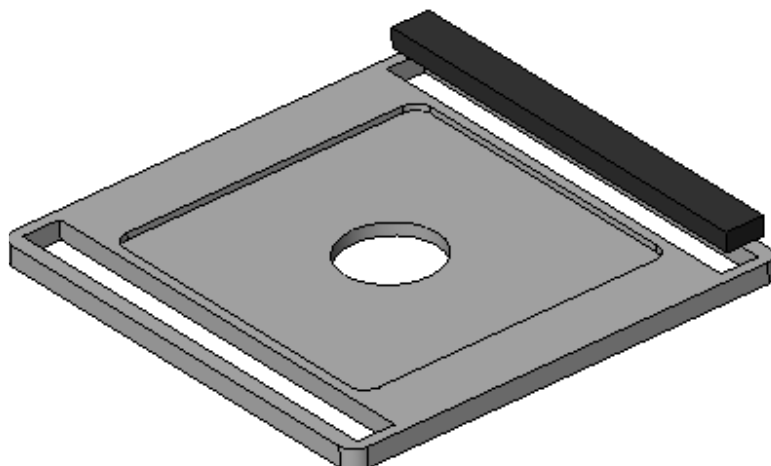
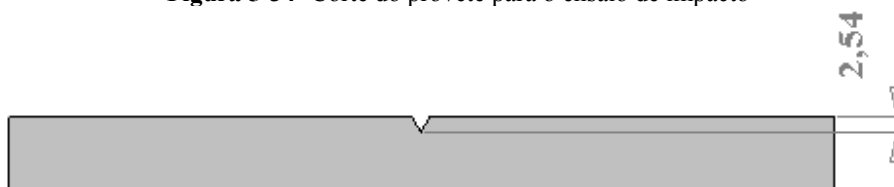


**Figura 5-33-**a) início do ensaio b) flexão de 30mm

#### 5.8.4.3. Ensaio de impacto

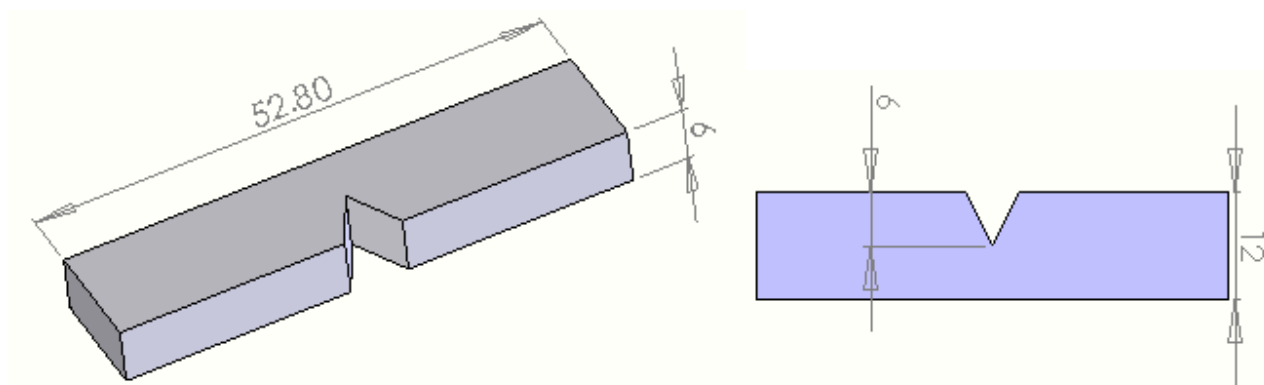
Para a realização dos ensaios de impacto foi utilizado um provete de dimensões iguais ao provete usado nos ensaios de flexão, mas desta vez foi maquinado do lado oposto da peça conforme ilustrado na figura 5.34. Os ensaios de impacto realizados foram do tipo Izod, conforme a norma ISO 180 (anexo 5).

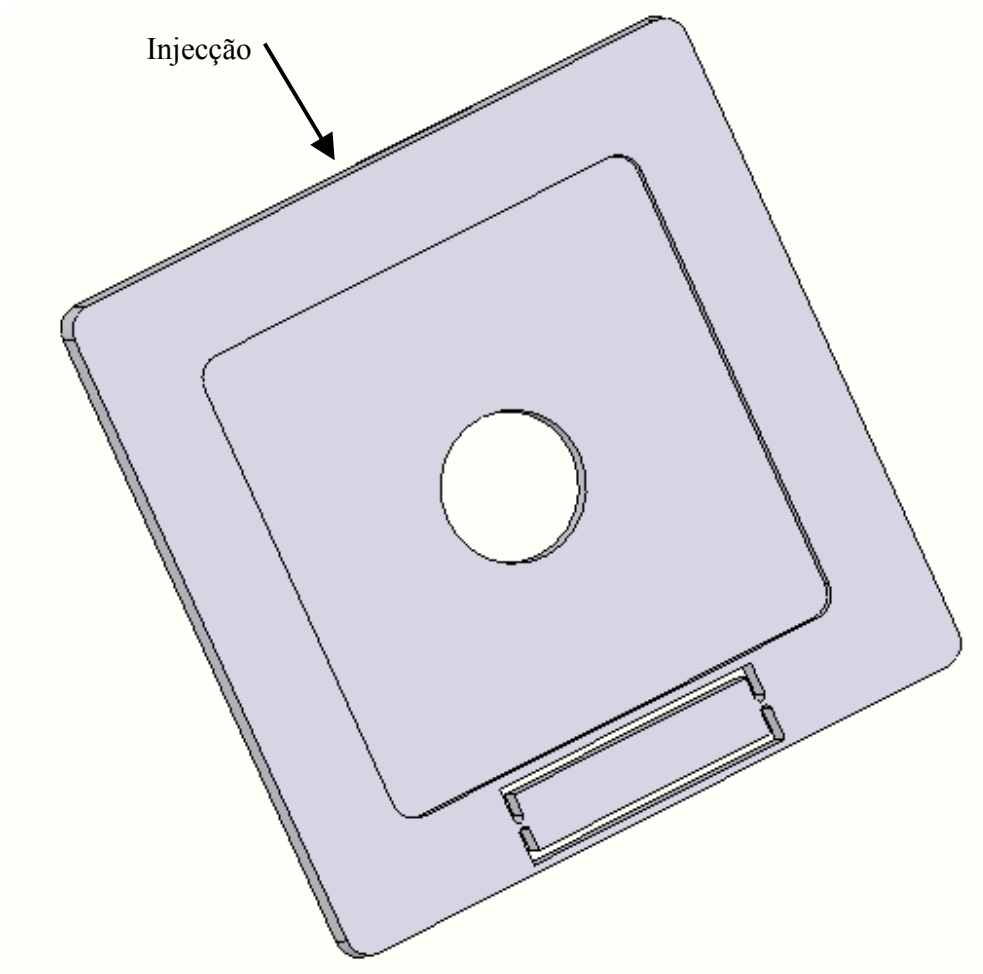
Neste provete foi necessário proceder a uma entalhe de forma a iniciar a fractura do impacto a quando da queda do peso. O local e as dimensões deste entalhe estão indicados na figura 5.35.

**Figura 5-34-** Corte do provete para o ensaio de impacto**Figura 5-35-** Dimensão e configuração do entalhe

#### 5.8.4.4. Ensaios de fractura

Para a realização de ensaios de fractura, foi feita uma preparação prévia das amostras que consistiu na maquinação de provetes normalizados (ASTM D5045-96-anexo 5). Nas figuras abaixo estão representadas as principais dimensões do provete assim como entalhe que foi feito após maquinação e a ainda a localização da peça de onde foi retirado o provete. O ensaio de fractura foi realizado na instron e foram feitos ensaios de flexão em três pontos com entalhe.

**Figura 5-36-** Principais dimensões

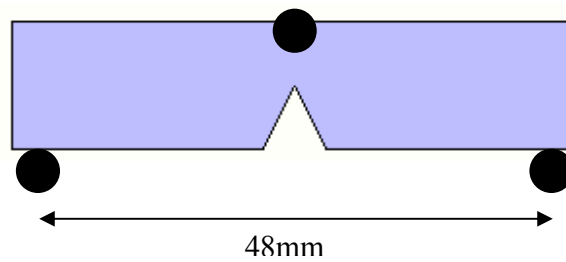


**Figura 5-37-** Local de onde foi retirado o provete

Para a realização do ensaio foi ainda necessário determinar, de acordo com a norma utilizada, a distancia entre os apoios.

$$S = 4 * W, W \text{ (largura)} = 12\text{mm}$$

$$S = 48\text{mm}$$



**Figura 5-38 –** Distância entre apoios



### 5.8.5. Morfologia

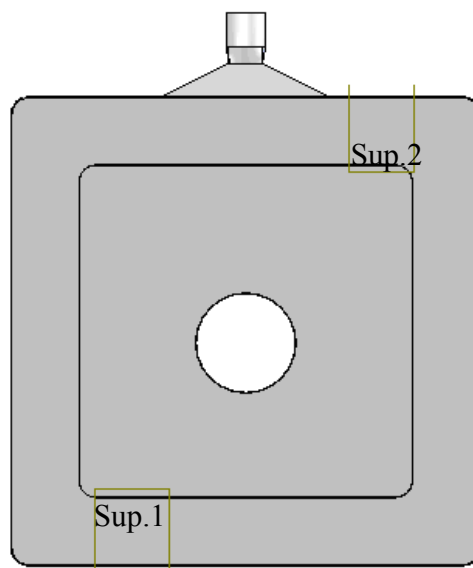
#### 5.8.5.1. Microscopia óptica

Com intuito de caracterizar morfologicamente as peças obtidas na parte experimental deste trabalho, foram realizadas análises microscópicas em determinadas peças que foram previamente seleccionadas. As peças analisadas microscópicamente foram a peça N (40% polioli/60% isocianato) e a peça O (60% polioli /40% isocianato). Ambas as peças foram produzidas, utilizando o molde em poliuretano Prolab 65. Estas peças foram seleccionadas tendo em conta os resultados obtidos nos ensaios mecânicos, ou seja representam as condições limite. Para esta análise utilizou-se um microscópio óptico e um micrótomo para corte das amostras. No micrótomo foram retirados pequenos fragmentos das amostras e foi colocado numa lâmina e sendo observadas em campo claro com duas objectivas diferentes (objectiva de 2 x e de 4x).

#### 5.8.5.2. Microdureza

Como se trata de um material amorfo torna-se muito difícil a sua observação ao microscópio, assim sendo, com o intuito de caracterizar morfologicamente as peças foi ainda analisada a microdureza das peças.

Numa face inicial foi analisada a microdureza a nível superficial nos locais assinalados na figura abaixo.



**Figura 5-39-** Locais onde foram retiradas as amostras





De seguida foi realizado um outro estudo que consistiu na análise da microdureza ao longo da espessura.

Para proceder a análise foi necessário realizar uma marcação prévia dos pontos a medir.

No entanto, foi fundamental garantir que os pontos se localizariam á mesma distância, assim sendo utilizou-se um papel milimétrico que foi furado nos cruzamentos das linhas. Posteriormente colocou-se o papel em cima da amostra e procedeu a marcação dos pontos com o auxílio de um marcador.



**Figura 5-40-** Marcação dos pontos a medir

#### **5.8.5.3. Scanning Electron Microscopy (SEM)**

No âmbito deste projecto torna-se fundamental avaliar a microestrutura do material após reacção de cura.

Dos ensaios realizados na microscopia convencional não foi possível observar nenhum dado relevante, com excepção da presença de alguns orifícios em determinadas amostras.

Foi necessário recorrer então a outras técnicas de caracterização da microestrutura, nomeadamente a microscópio electrónico de varrimento.

O microscópio electrónico de varrimento permite a observação e caracterização de materiais heterogéneos orgânicos e inorgânicos numa escala nanométrica (nm) ou micrométrica ( $\mu\text{m}$ ). A popularidade do SEM é sustentada pela sua capacidade de obter imagens tridimensionais, tais como imagens de superfícies de um grande número de materiais.

No SEM a área da amostra a ser observada é irradiada com um feixe de electrões que varre a área seleccionada formando a imagem. Os tipos de sinal produzidos pela interacção entre o feixe de electrões e a amostra incluem os electrões secundários, os electrões retrodispersados, os electrões Auger, os raios-X característicos e outros fotões de variadas energias. Estes sinais são obtidos em volumes de emissão específicos dentro da amostra e podem ser usados para examinar muitas das suas características (microestrutura, topografia da superfície, cristalografia e composição).



Na parte experimental deste trabalho foram obtidas imagens de amostras retiradas das superfícies de fractura das peças moldadas nos moldes, nomeadamente no molde de alumínio e no molde feito em poliuretano Lab 850. Numa fase inicial foram só observados as peças obtidas nestes dois moldes, uma vez que eram os que apresentavam resultados mais díspares. Para cada molde foi observado três amostras que diferem na quantidade de polioli.

Para a realização dos ensaios foi necessário preparar as amostras, assim sendo, foi retirada a extremidade do provete do lado onde ocorreu a fractura e foram posteriormente revestidas a ouro. Neste ensaio foram obtidas três imagens da superfície fracturada de cada um dos provetes, com diferentes ampliações.

Para estes provetes será feita uma comparação das imagens de forma a estudar a influência quer do material dos moldes quer das diferentes percentagens de polioli.

### 5.8.6. Modelo cinético

O processo de RIM envolve reacções simultâneas de cura acompanhadas de escoamento dos reagentes e produtos. A optimização destes eventos permite a obtenção de peças com melhor qualidade.

A simulação numérica do processo RIM é efectuada pela aplicação de equações de transferência de calor e de escoamento de fluidos. O escoamento é modelado através das equações de conservação de massa e de momento.

*Conservação de massa:*

$$\frac{\partial}{\partial x_i}(\rho u_i) = 0 \quad (1)$$

*Momento:*

Sup.1

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho u_j) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho u_i u_j) = \frac{\partial p}{\partial x_j} + \frac{\partial}{\partial x_i} \left( \mu \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) + \rho g_j \quad (2)$$

Onde  $\rho$  é a densidade,  $g$  é a aceleração da gravidade e  $\mu$  é a viscosidade dinâmica. As mudanças de viscosidade associadas ao processo de cura são modeladas pela maioria dos softwares de simulação, como o Moldflow e o Moldex, através das seguintes equações:

$$\mu = \mu_m \cdot \left( \frac{\alpha_g}{\alpha} \right)^{(C_1 + C_2 \cdot \alpha)} \quad (3)$$



Com  $\mu_m$  dado por

$$\mu_m = \frac{\mu_0}{1 + (\mu_0 \cdot \frac{\dot{\gamma}}{\tau})^{(1-n)}} \quad (4)$$

e

$$\mu_0 = B.e^{T_b/T} \quad (5)$$

Nas equações anteriores  $\tau$  é a tensão de corte na transição entre o comportamento Newtoniano e da lei de Potência e  $\mu_0$  representa a viscosidade para uma tensão de corte igual a zero.

A transferência de calor é descrita através da equação da conservação de energia que inclui um termo de geração de calor que será dado pelo modelo cinético apropriado.

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho h) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho u_i h) = \frac{\partial}{\partial x_i} \left( k \frac{\partial T}{\partial x_i} \right) + \rho H \frac{\partial \alpha}{\partial t} \quad (6)$$

Onde  $h$  é a entalpia específica da resina,  $k$  é a condutividade térmica,  $H$  é o calor exotérmico libertado durante a reacção por unidade de massa,  $\alpha$  é a conversão (quantidade de material sólido formado), e  $\partial \alpha / \partial t$  é a taxa da reacção descrita pelo modelo cinético.

Diversos modelos fenomenológicos têm sido desenvolvidos para a simulação da cura de materiais termoendurecíveis. Estes modelos, têm assumido que somente uma reacção representa todo o processo de cura e são expressos pela seguinte equação [47]:

$$\frac{\partial \alpha}{\partial t} = K(T) f(\alpha) \quad (7)$$

Onde  $f(\alpha)$  é uma função da conversão ( $\alpha$ ) e  $K(T)$ , a constante da taxa da reacção, uma função da temperatura.

No caso dos PUs, a reacção de cura é descrita na maioria dos softwares comerciais (ex. Moldflow e Moldex) através dos modelos de Kamal e Souror [48,49]:

$$\frac{\partial \alpha}{\partial t} = (K_1 + K_2 \alpha^m) (1 - \alpha)^n \quad (8)$$

onde  $K_1(T)$  e  $K_2(T)$  são as constantes da taxa da reacção,  $m$  e  $n$  são constantes, representando a soma de  $m$  com  $n$ , a ordem geral da reacção. A ordem da reacção, e de acordo com a sua definição, indica o número de átomos, moléculas ou grupos reactivos cuja concentração determina a taxa da reacção.



As constantes da taxa de reacção descrevem uma lei de Arrhenius [47,50], sendo assim, podem ser descritas pelas equações seguintes:

$$K_1 = A_1 \cdot e^{-E_1/\Delta+T} \quad (9)$$

$$K_2 = A_2 \cdot e^{-E_2/\Delta+T} \quad (10)$$

onde  $A$  é o factor pré-exponencial da constante da taxa de conversão,  $E$  é a energia de activação,  $R$  é a constante dos gases perfeitos,  $\Delta+T$  é a temperatura absoluta.

### 5.8.6.1. Novo modelo cinético para termoendurecíveis

Os modelos fenomenológicos referidos assumem, como já foi referido, que apenas uma reacção pode descrever todo o processo de cura. No entanto estes modelos não incluem os efeitos da concentração de isocianato na taxa da cura/conversão e assim os parâmetros cinéticos têm que ser recalculados após cada mudança na concentração dos reagentes. Outra limitação prende-se com o facto de ser difícil a previsão do efeito das operações de pós-cura devido aos efeitos controlados pela difusão depois da vitrificação.

O novo modelo proposto por Paulo Bartolo e Artur Mateus é baseado em fenómenos físicos e químicos fundamentais que governam o comportamento da cura dos materiais termoendurecíveis no processo de RIM. Este novo modelo termo-cinético foi desenvolvido para simular correctamente as alterações físicas e químicas.

Este modelo descreve as características principais do processo de cura, nomeadamente os efeitos controlados pela difusão, reacções com cura incompleta e terminação unimolecular. O modelo cinético pode ser acoplado a modelos de previsão de contracção e termo-reológicos para descrição do escoamento e transferência de calor no RIM.

O modelo desenvolvido representa uma abordagem mais realista para todos os fenómenos que ocorrem durante as reacções de cura e é expresso pela seguinte equação [51]:

$$\frac{d\alpha}{dt} = \frac{1}{1 + \exp[\xi(\alpha - \alpha_d)]} \exp \frac{-E}{R T_{abs}} [\text{Iso}]^q \alpha^m (1 - \alpha)^n \quad (11)$$

onde  $\xi$  é a constante de difusão,  $\alpha_d$  é o valor crítico da percentagem de cura/ conversão, correspondente à prevalência dos efeitos controlados pela difusão sobre a reacção de cura,  $\phi$  é o factor pré-exponencial da constante da taxa de cura,  $E$  é a energia de activação,  $R$  é a



constante dos gases perfeitos,  $T_{abs}$  a temperatura absoluta,  $p$  e  $q$  são constantes e os expoentes  $m$  e  $n$  representam as ordens da reacção, com a soma  $(m+n)$  a representar a ordem geral da reacção,  $[Iso]$  é a concentração de isocianato. Os parâmetros cinéticos,  $\xi$ ,  $\alpha_d$ ,  $m$ ,  $n$  e  $E$ , não são constantes. Experimentalmente verificou-se que variam de forma não-linear com a temperatura e concentração de isocianato.

#### 5.8.6.2. Procedimento experimental para o desenvolvimento do novo modelo

Para a aquisição de dados que permitisse o desenvolvimento do novo modelo de cura e também para a observação no molde da progressão e extensão da cura, foram aplicadas duas técnicas e equipamentos distintos. Para a aquisição rigorosa de calor libertado durante a reacção, e contemplando também os instantes iniciais, foi utilizado um calorímetro especial de reacção de mistura da Setaram, o C80.

Para a observação da progressão da cura no molde foi utilizada a termografia por infra-vermelho, obtendo-se um registo de temperaturas sob a forma de mapa contínuo de cores.

##### ■ Aquisição por Calorimetria

A calorimetria diferencial de varrimento (Differential scanning calorimetric -DSC) é largamente utilizada na análise de sistemas termoendurecíveis activados quer foto quer termicamente. Esta técnica torna-se quase inútil quando as resinas reagem muito rapidamente sem que haja necessidade de calor. De forma a eliminar este problema, um calorímetro de reacção e mistura C80 (figura 5.41) da Setaram, foi utilizado para a medição do calor libertado durante o processo de polimerização. Este sistema usa o princípio calorimétrico de Calvet (figura 5.42) e representa uma ponderosa técnica no campo da análise térmica.

Um forno cilíndrico contém dois orifícios cilíndricos, para reservatórios onde se colocarão a célula com a amostra e a célula de referência. Estes orifícios estão rodeados por centenas (mais de 1000) de termopares. No sistema cilíndrico tradicional de Calvet (Calvet, 1948), as superfícies exteriores de cada contentor de células estão em contacto com centenas de termopares que se encontram por sua vez ligados em série entre o contentor e o



forno. Pelos fios dos termopares ocorre a condução mais importante de calor do forno para as amostras.

Os dois contentores das amostras encontram-se termicamente separados e as trocas de calor ocorrem unicamente entre o forno e os contentores. O sinal medido é a média da diferença de temperatura ( $\Delta T$ ) dos dois contentores. E é gerado pela ligação diferencial das duas baterias de termopares (termopilhas):  $\Delta T = \Delta T_{FS} - \Delta T_{FR} = \Delta T_{SR}$ . Uma voltagem eléctrica proporcional a  $\Delta T$ , ou um sinal de calor libertado gerado internamente a partir do  $\Delta T$  representa o sinal de medida.

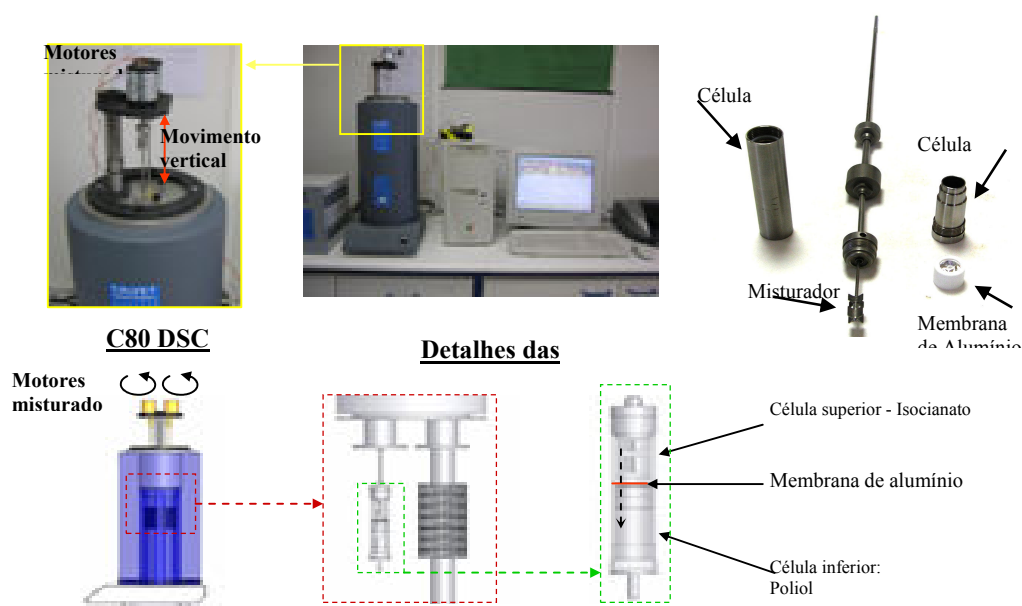


Figura 5-41-Calorímetro C80 da Setaram com um sistema de mistura implementado

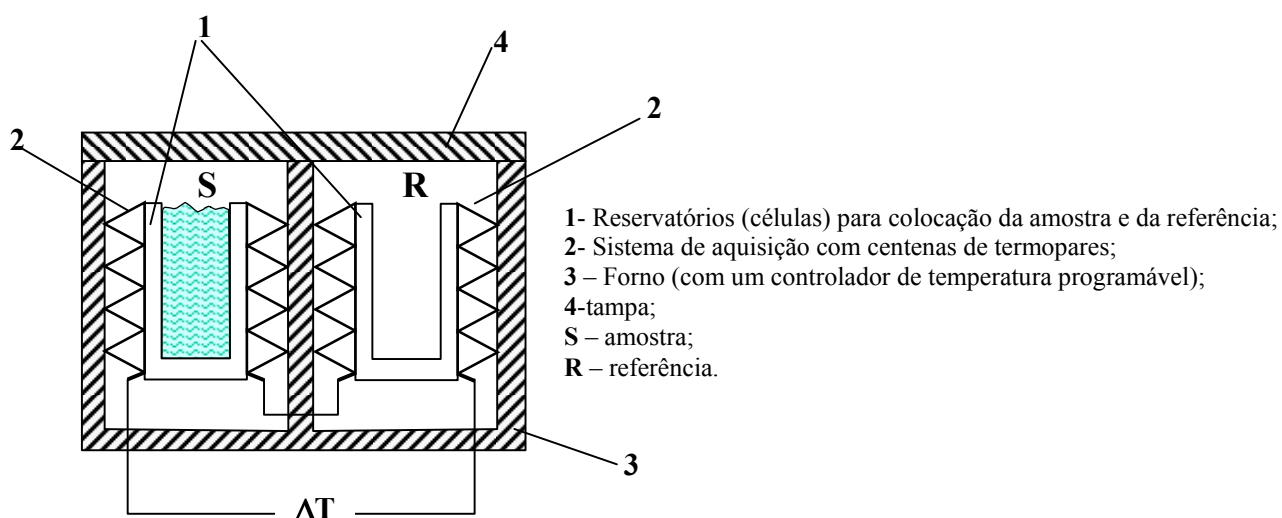


Figura 5-42- DSC com um sistema de aquisição em cilindro (Calvet, 1948; thermally decoupled sample containers)



O calor medido pelo C80 é proporcional ao calor libertado e à taxa da reacção.

$$\frac{dQ}{dt} = Q_{\text{Total}} \frac{d\alpha}{dt}$$

Onde  $dQ/dt$  é o calor específico e o  $Q_{\text{Total}}$  é o calor total libertado correspondendo à soma do calor libertado numa análise isotérmica e do calor residual libertado através de uma análise dinâmica. O valor do  $Q_{\text{Total}}$  pode ser obtido através da integração do pico obtido no DSC.

$$Q_{\text{Total}} = \int_0^t \frac{dQ}{dt} dt$$

Onde  $t$  é o tempo para a cura completa. A fracção convertida pode ser obtida da seguinte forma:

$$\alpha = \frac{1}{Q_{\text{Total}}} \int_0^t \frac{dQ}{dt} dt$$

Nestes ensaios foi utilizado o mesmo material utilizado nas moldações (RIM876/900), variando as percentagens dos componentes em 40%, 50% e 60% de polioli e variando a temperatura de cura de 30 para 50, 70, 90, 150.





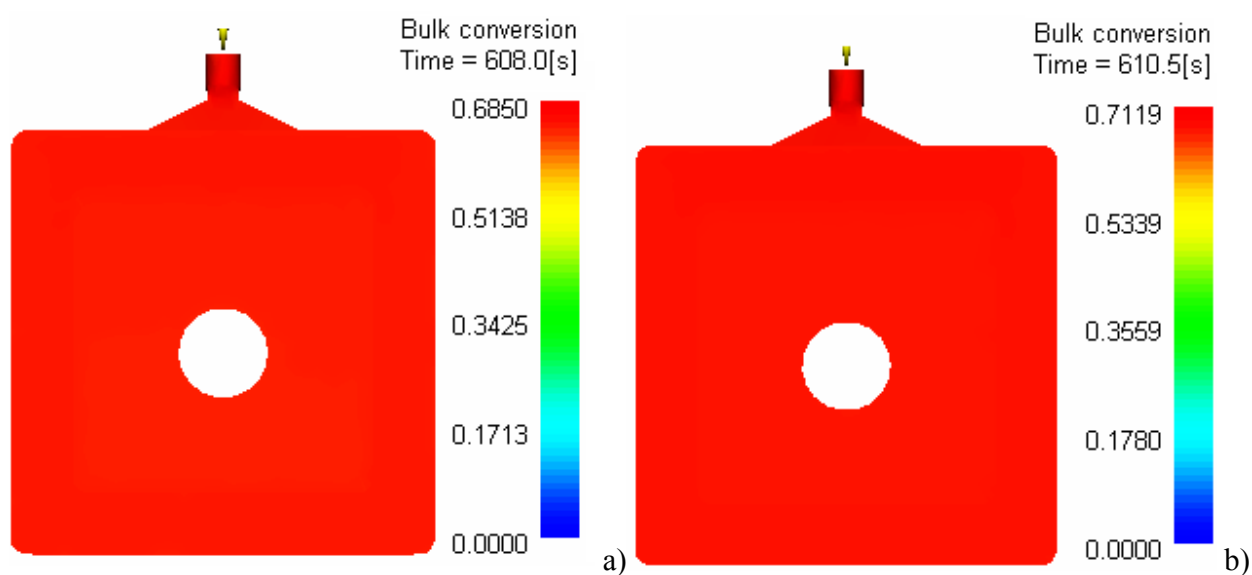


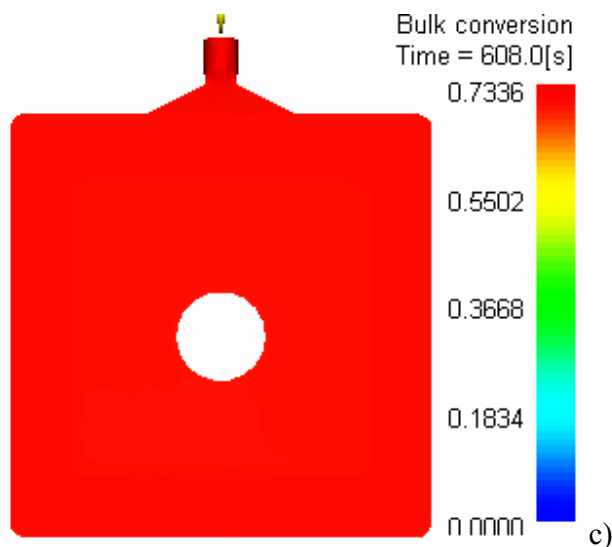
## 6. Resultados e discussão

### 6.1. Simulação

#### 6.1.1. Efeito do aumento da temperatura do molde

Relativamente aos resultados obtidos na simulação, é possível verificar nas imagens seguintes a percentagem de material curado aquando da desmoldação da peça, ou seja após 10 minutos da injeção. Cada imagem esta associada a uma diferente simulação, as quais diferem na temperatura do molde. Assim sendo a imagem a) diz respeito a simulação 4 onde a temperatura do molde utilizada foi de 30°C, a imagem b) a simulação 10 onde a temperatura do molde foi de 40°C e por ultimo a imagem c) diz respeito á simulação 16 na qual foi utilizada uma temperatura do molde de 50°C. Através das imagens é possível verificar que o aumento da temperatura do molde promove um aumento da percentagem de material curado para o mesmo tempo de cura. Este efeito acontece também para temperaturas mais altas dos reagentes.





**Figura 6-1-** Material curado

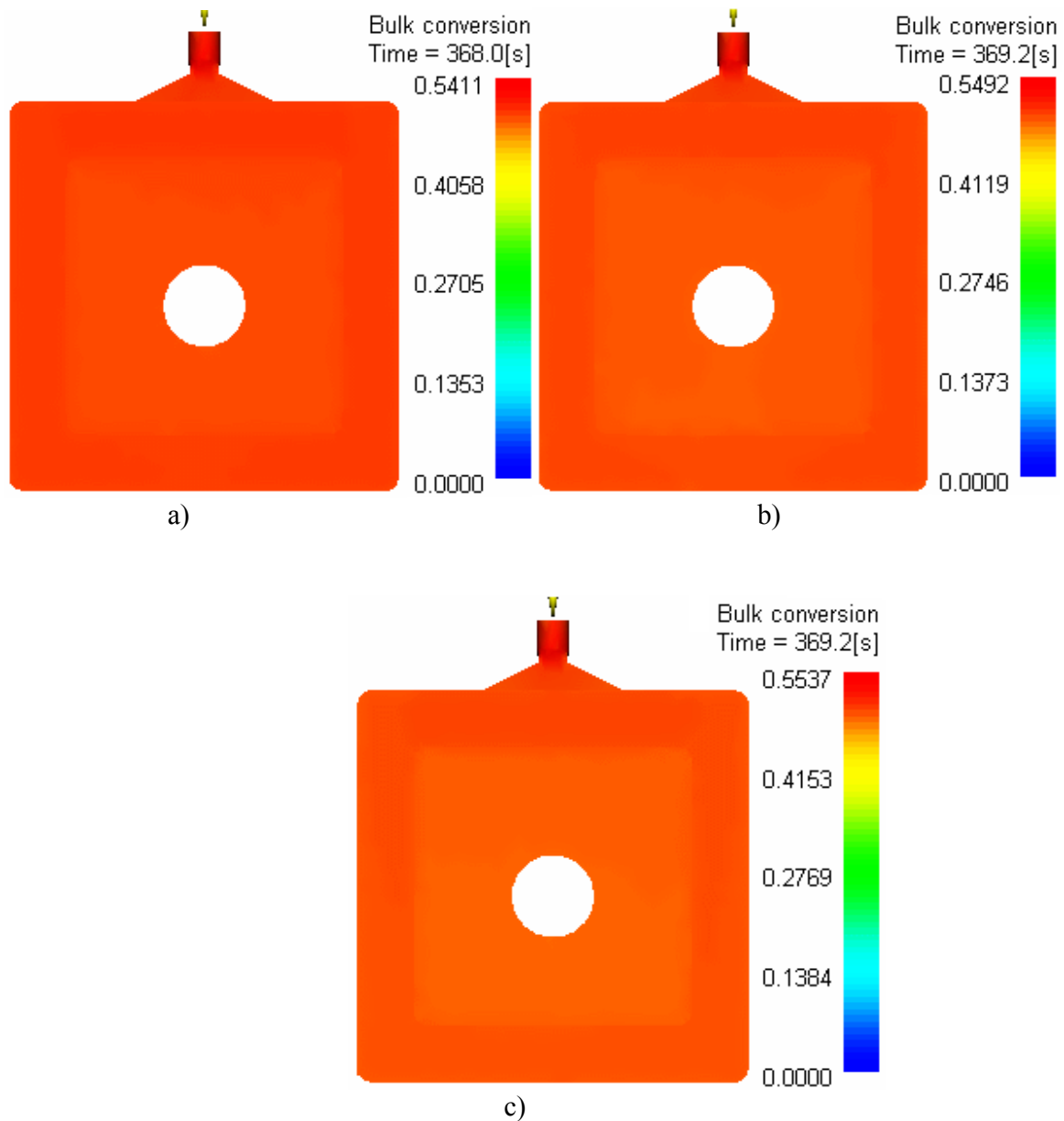
Os restantes resultados que são possíveis obter numa simulação com malha Fusion no módulo reactive, encontram-se em anexos (anexo 2).

### **6.1.2. Estudo do efeito do aumento de temperatura dos reagentes**

Relativamente ao efeito do aumento da temperatura dos reagentes verifica-se que a maior influência é na percentagem de material curado. No entanto essa influência é mais evidente no início do processo de cura.

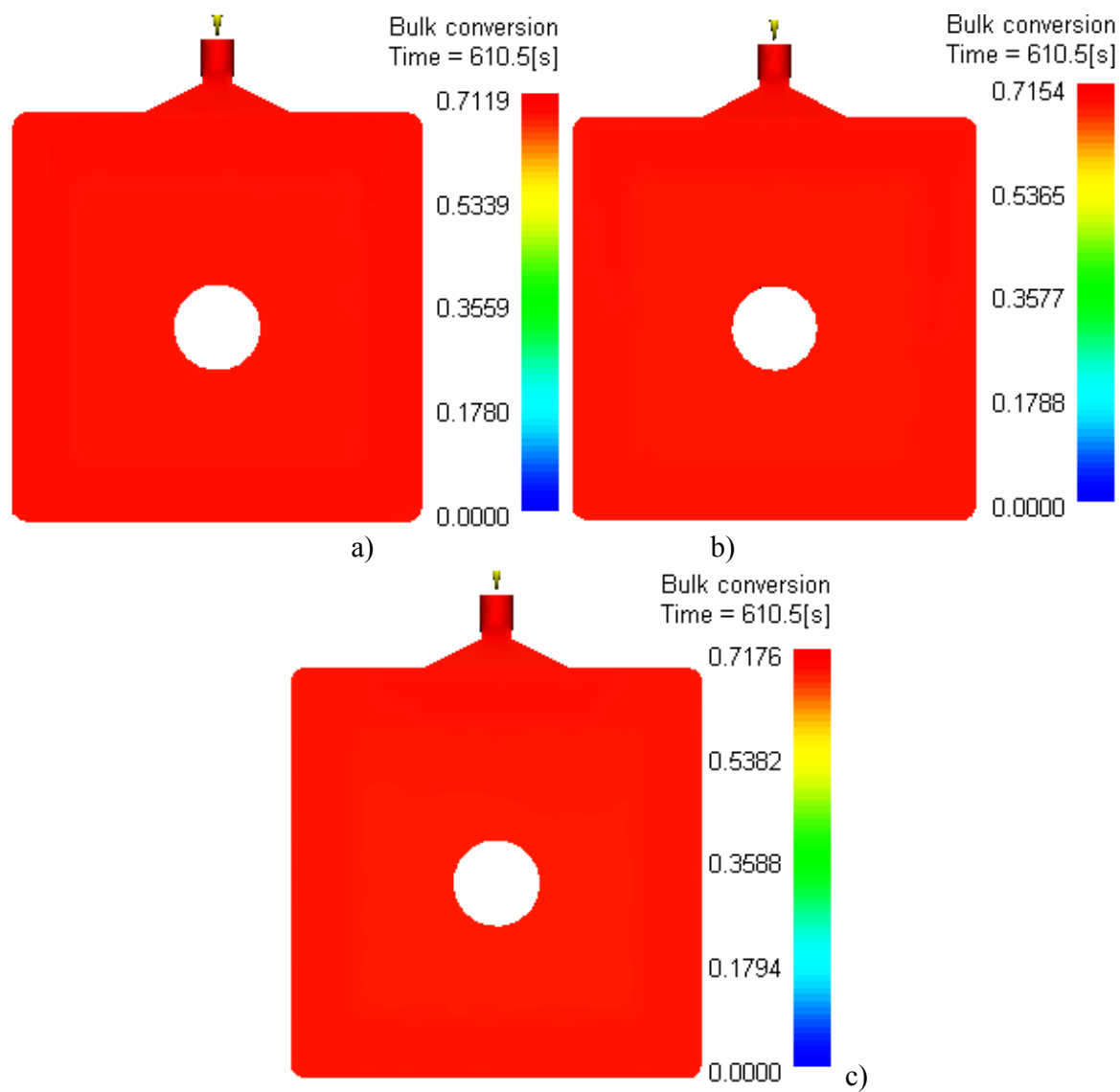
As figuras seguintes dizem respeito a simulação<sup>7</sup>, onde se utilizou uma temperatura do fundido de 30°C(a), a simulação 8 onde a temperatura do fundido foi de 60°C (b)e a simulação 9, onde foi utilizada uma temperatura de 80°C (c).

As imagens da figura 6.2 representam para cada uma das diferentes simulações, a percentagem de material curado para um período de 6min, ou seja, pouco mais de metade do tempo total que a peça permanece no molde.



**Figura 6-2-** Material curado ao fim de 6 minutos

Relativamente as imagens da figura 6.3, estas representam a percentagem de material curado aquando da desmoldação da peça, ou seja, ao fim dos 10 minutos. Comparando as imagens da figura 6.2 e as da figura 6.3, observa-se que o efeito do aumento da temperatura dos reagentes é mais significativo ao longo da cura do que no momento da desmoldação.



**Figura 6-3-** Material curado ao fim de 10 min



## 6.2. Custos

Nas páginas seguintes encontram-se dados e gráficos comparativos do custo inicial dos vários moldes produzidos em diversos materiais.

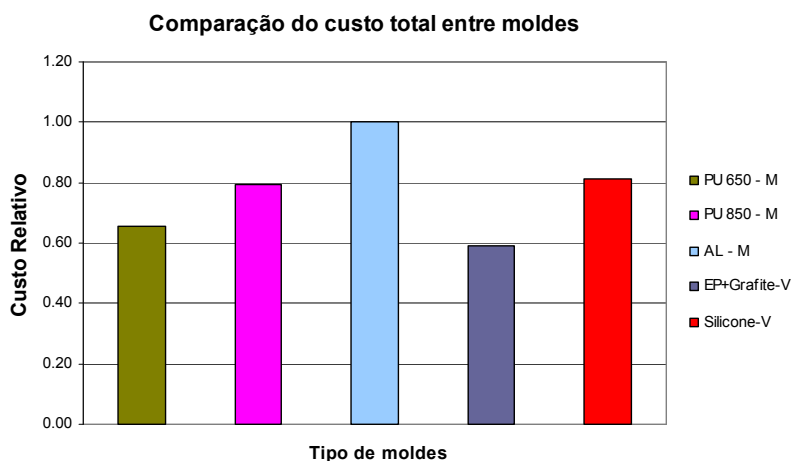
### 6.2.1. Comparação de custos dos moldes produzidos por diferentes processos RT e materiais

Tabela 6-1: custos absolutos

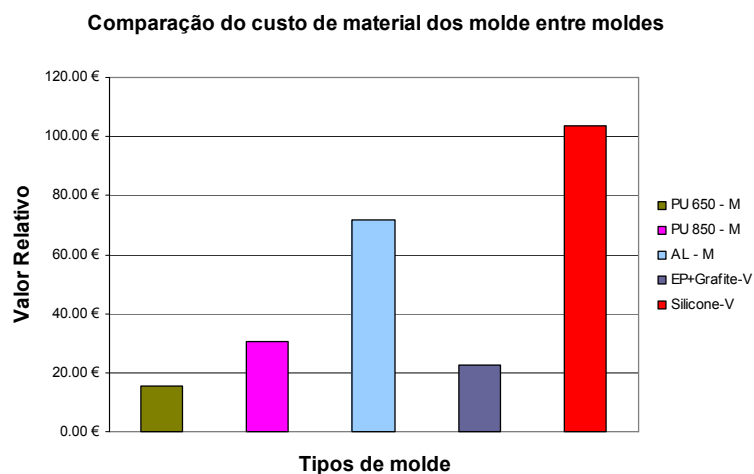
<b>CUSTO ABSOLUTO</b>						
Material /processo	Master [€]	Material [€]	M.Obra [€]	Máquina [€]	Total [€]	Custo relativo entre moldes
<b>PU 650 – Maquinação</b>	0,00 €	15,67 €	75,00 €	150,00 €	240,67 €	0,66
<b>PU 850 – Maquinação</b>	0,00 €	30,38 €	60,00 €	200,00 €	290,38 €	0,79
<b>AL – Maquinação</b>	0,00 €	71,77 €	45,00 €	250,00 €	366,77 €	1,00
<b>EP+Grafite-Vazamento</b>	150,00 €	22,50 €	45,00 €	0,00 €	217,50 €	0,59
<b>Silicone-Vazamento</b>	150,00 €	103,76 €	45,00 €	0,00 €	298,76 €	0,81

Tabela 6-2: custo relativos

<b>CUSTO RELATIVO – comparação entre custos (master, material, etc.) num mesmo molde</b>					
Material/processo	Master	Material	M.Obra	Máquina	TOTAL
<b>PU 650 – Maquinação</b>	0,00%	6,51%	31,16%	62,32%	100,00%
<b>PU 850 – Maquinação</b>	0,00%	10,46%	20,66%	68,88%	100,00%
<b>AL – Maquinação</b>	0,00%	19,57%	12,27%	68,16%	100,00%
<b>EP+Grafite-Vazamento</b>	68,96%	10,35%	20,69%	0,00%	100,00%
<b>Silicone-Vazamento</b>	50,21%	34,73%	15,06%	0,00%	100,00%



**Figura 6-4**– Comparação do custo total entre moldes (M-maquinação; V-Vazamento)

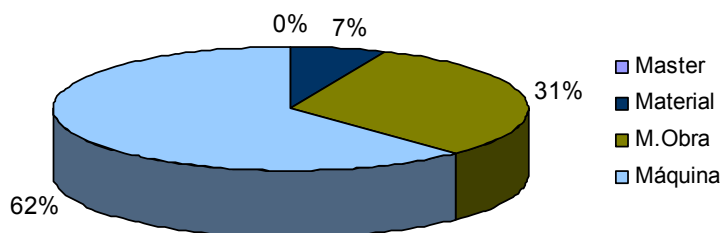


**Figura 6-5**– Comparação do custo de material dos moldes entre moldes

Relativamente ao custo inicial do molde, verifica-se que o molde em alumínio é o mais dispendioso, sendo o molde de resina carregado com grafite o mais económico. Relativamente ao custo da matéria-prima para cada um dos moldes, é possível verificar que o molde em silicone é mais dispendioso, sendo os moldes feitos em poliuretano e o de resinas com grafite consideravelmente mais económicos.

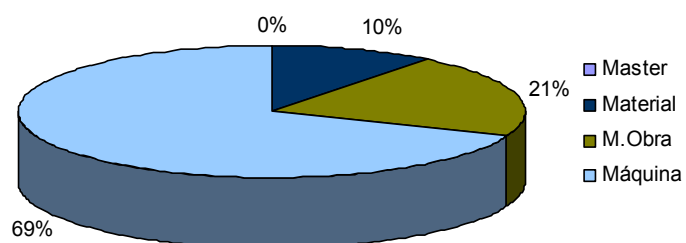


### Distribuição de custos no molde PU650-Maquinação



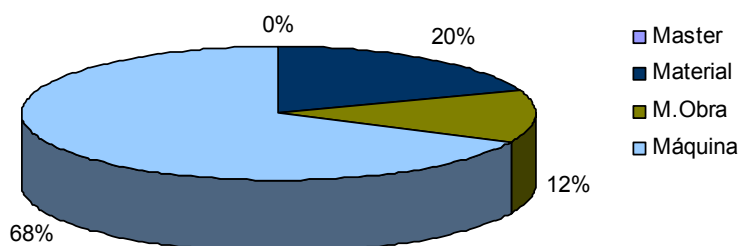
**Figura 6-6** – Distribuição de custos no molde PU 650 – maquinação

### Distribuição de custos no Molde PU 850-Maquinação



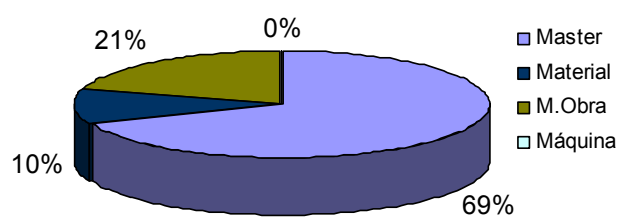
**Figura 6-7** -distribuição de custos no molde PU 850 – maquinação

### Distribuição de custos no Molde AL-Maquinação



**Figura 6-8** – Distribuição de custos no molde AL – maquinação

### Distribuição de custos no molde EP+grafite-Vazamento



**Figura 6-9** – Distribuição de custos no molde



### Distribuição de custos no molde silicone-Vazamento

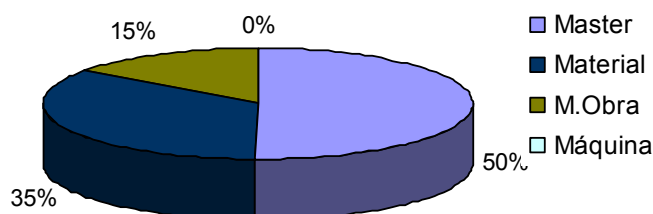


Figura 6-10 - Distribuição de custos no molde silicone

Observando os gráficos acima verifica-se facilmente que a fase mais demorada na fabricação dos moldes é realmente a técnica utilizada para a sua produção, ou seja em ambos os casos, maquinação e vazamento, nomeadamente obtenção do master, esta é a fase mais demorada no ciclo de produção de um molde para RIM.

No anexo 4 encontra-se um documento onde estão descritos diversos orçamentos reais.

## 6.3. Viscosidade

Relativamente aos resultados obtidos na determinação da viscosidade ao longo do processo de cura foi possível estudar quer o efeito das diferentes percentagens de poliol assim como o efeito da temperatura de ensaio.

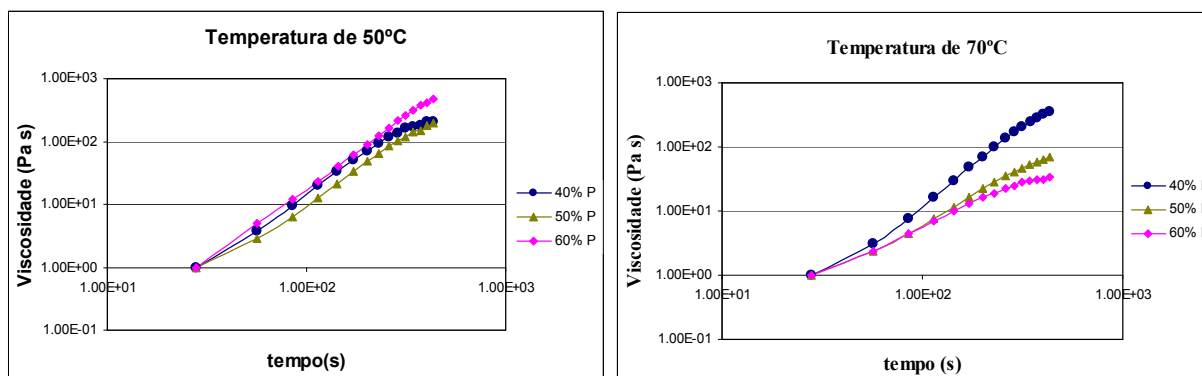
### 6.3.1. Efeito da percentagem de poliol

Quando se utiliza uma temperatura de ensaio de 50°C, é possível observar na figura 6.11 a) que os maiores valores de viscosidade são obtidos quando se utiliza 60% de poliol. No entanto os menores valores da viscosidade são obtidos quando se utiliza uma percentagem de 50%. Verifica-se também que o aumento da viscosidade ao longo da reacção para esta temperatura é mais linear. Relativamente ao ensaio em que se utilizou uma temperatura de 70°C é possível observar na figura 6.11 b) que contrariamente ao que acontece no ensaio onde foi utilizada a temperatura de 50°C, a viscosidade aumenta quando a percentagem de poliol diminui.



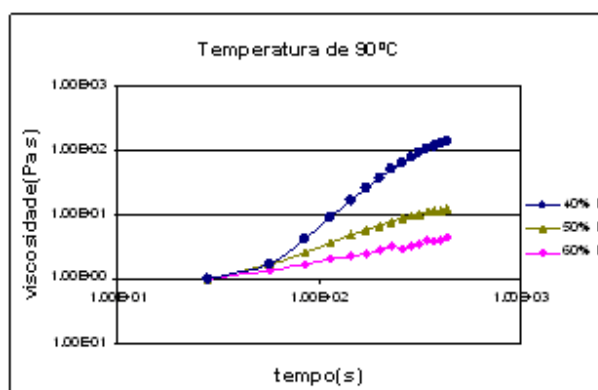


Para o caso em se utilizou uma temperatura de ensaio de 90°C observa-se que os maiores valores da viscosidade ocorrem quando se utiliza 40% de polioli, havendo um aumento substancial da viscosidade em relação aos outros casos. À medida que a percentagem de polioli aumenta a viscosidade diminui.



a) Temperatura de ensaio de 50°C

b) temperatura de ensaio de 70°C



c) Temperatura de ensaio de 90°C

**Figura 6-11:** Efeito da percentagem de polioli para diferentes temperaturas

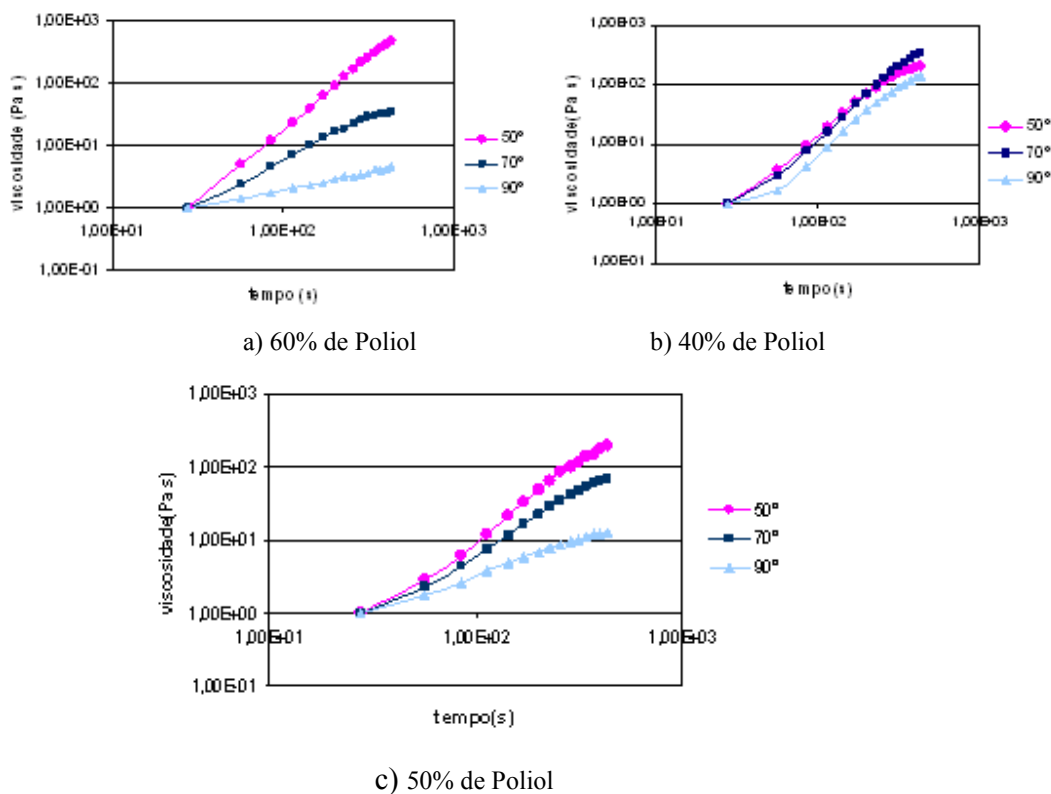
### 6.3.2. Efeito da temperatura de ensaio

Relativamente ao efeito da temperatura de ensaio nas amostras em que foi utilizada uma percentagem de 60% de polioli verifica-se através da figura 6.12 a) que a viscosidade é maior quando se utiliza temperaturas mais baixas.

Nos ensaios em que se utilizou 40% de polioli verifica-se que à semelhança do ensaio anterior os maiores valores de viscosidade ocorrem para temperaturas de ensaio de 50°C, no entanto para este caso verifica-se que quando se utiliza a temperatura de 70°C os valores aproximam-se dos valores obtidos para a temperatura de 50°C registam-se mesmo valores superiores no fim da reacção.



Para o caso em que se utilizou 50% de polioliol verifica-se também que à semelhança do que acontece para as restantes percentagens, os maiores valores da viscosidade ocorrem para temperaturas de ensaio de 50°C.



**Figura 6-12** – Efeito da temperatura de ensaio para diferentes percentagens de Polioliol

## 6.4. Condutividade térmica

Na tabela seguinte pode ser consultado os valores das diferentes propriedades térmicas obtidas no ensaio para cada uma das amostras. Para o alumínio não há registo das outras propriedades térmicas uma vez que este equipamento não está preparado para realizar ensaios em materiais com elevada condutividade térmica. A condutividade do alumínio encontra-se indicada na ficha técnica do material fornecida pelo fornecedor.



Tabela 6-3 – Valores da condutividade

Material molde	Espessura (h)	Condutividade térmica (w/m°C)	Difusividade térmica: A (m <sup>2</sup> /s)	Absorvidade Térmica: b (ws <sup>1/2</sup> /m <sup>2</sup> )	Resistência Térmica: r (m <sup>2</sup> K/w)	Tempo (s)
Alumec 89	-	165	-	-	-	-
Lab 850	2,7	0.108	0,077	589	16,7	1
Prolab 65	2,3	0.164	0,118	314	21,4	0,5
Resina + Grafite	3,2	0,486	0,205	-	6,5	1
Silicone	2,9	0.22	0,109	667	13,3	1

## 6.5. Evolução da temperatura

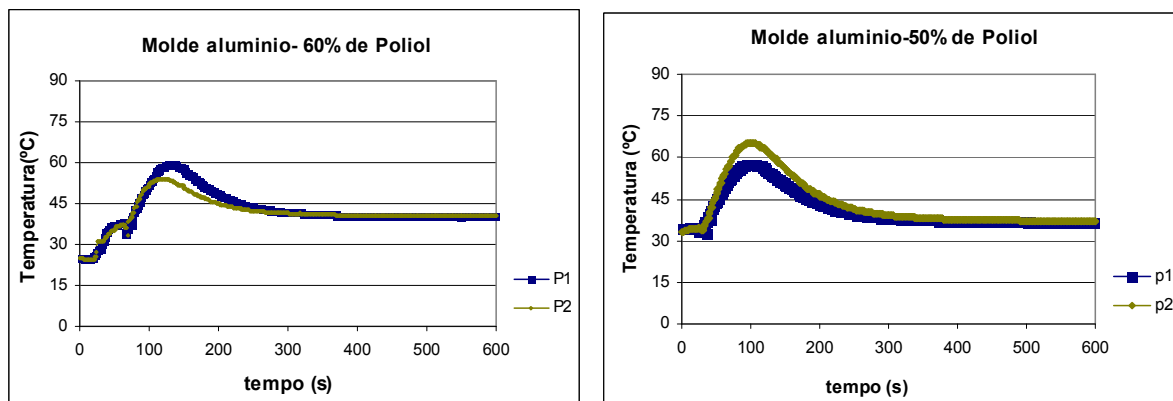
### 6.5.1. Interior da peça

#### ➤ Molde em alumínio

Nas figuras seguintes estão representados os resultados da evolução da temperatura no interior da peça para o molde em alumínio. Através dos resultados observa-se que existe um ligeiro aumento no início do processo de cura, comportando-se igualmente para as três percentagens.

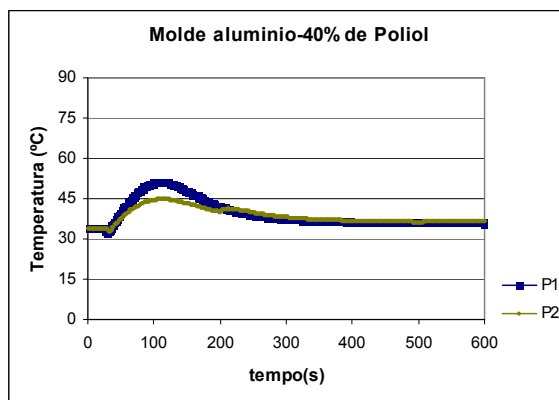
No entanto verifica-se que a temperatura máxima é ligeiramente superior quando se utiliza 50% de cada um dos componentes, em contrapartida a temperatura máxima diminui quando se utiliza 40% de polioli. Tal comportamento deve-se ao facto de que, quando se utiliza 50% de cada componente há mais material a reagir entre si e daí maior libertação de calor. No caso em que só utilizamos 40% de polioli, só esta quantidade é que irá reagir com o isocianato, ou seja temos 20% de isocianato que fica em excesso e o mesmo acontece com o polioli quando se utiliza 60% de polioli.

Da observação das figuras é de salientar também que apesar de se registar um aumento da temperatura no início do processo de cura, esse aumento não é muito significativo, pois seria de esperar um aumento bastante superior da temperatura.



a) Peça H (60%poliol)

b) Peça G (50 %poliol)



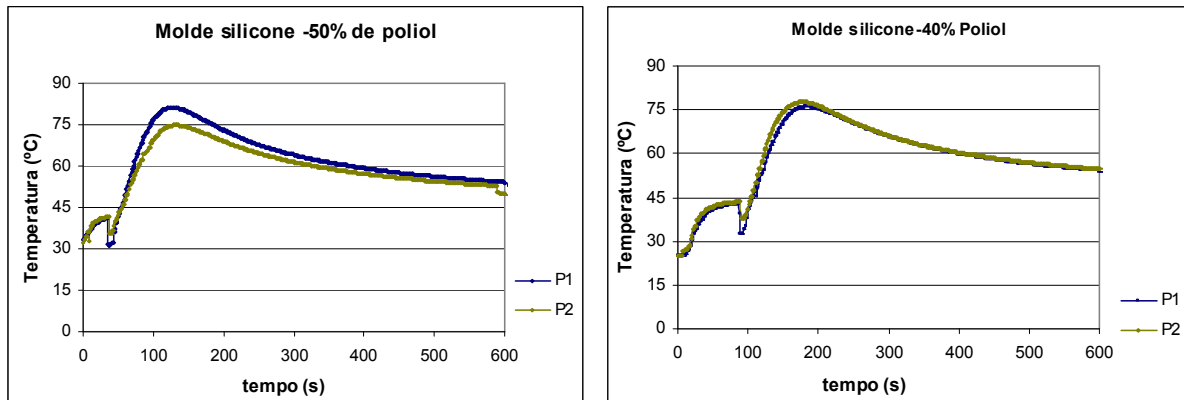
c) Peça I (40% poliol)

**Figura 6-13** – Temperaturas no molde em alumínio

➤ *Molde em silicone*

Relativamente aos gráficos representados na figura é possível observar que, á semelhança do que acontece no molde em alumínio a temperatura sobe no início do processo de cura. No entanto para além da temperatura ser substancialmente mais elevada do que para o molde em alumínio, o comportamento das curvas é ligeiramente diferente entre os dois moldes. Tal facto deve-se a baixa condutividade do molde em silicone que dificulta a transmissão do calor para o exterior, assim sendo o aumento da temperatura no início do processo de cura é mais acentuando e o decréscimo da temperatura ao longo do processo é mais lento do que para o molde em alumínio.

Também para o molde em silicone a temperatura decresce ligeiramente quando se utiliza 40% de poliol.



a) Peça P (50%poliol)

b) peça Q (40 %poliol)

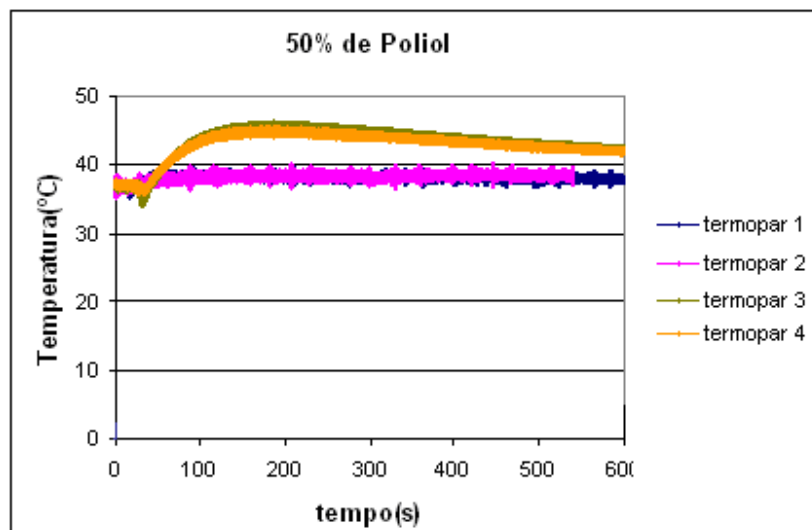
Figura 6-14 – Molde em silicone

### 6.5.2. Superfície da peça

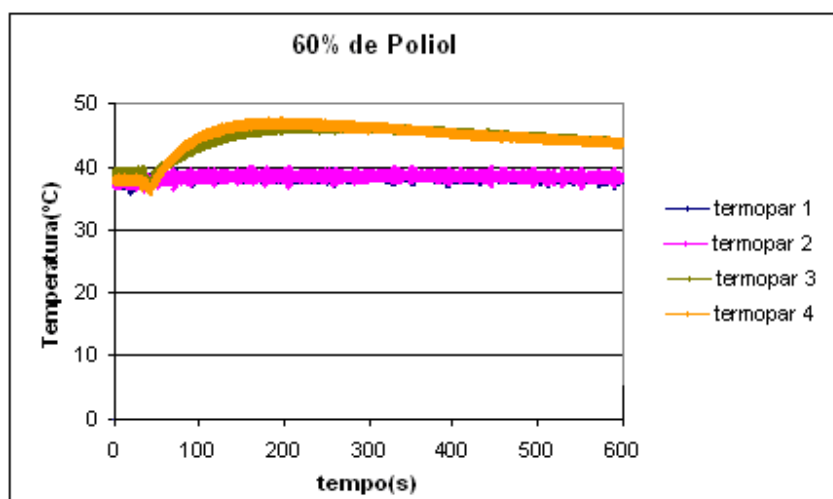
Nas figuras seguintes, podemos verificar para as três percentagens, a leitura dos termopares 1 e 2 que estão colocados no molde em alumínio e dos termopares 3 e 4 que se encontram no molde em silicone. É importante referir que ambos os moldes foram inicialmente aquecidos até uma temperatura próxima dos 40°C.

Relativamente aos termopares 1 e 2 (molde alumínio), verifica-se que o comportamento da temperatura é semelhante para as três percentagens, no entanto é de salientar que apenas ocorre um ligeiro aumento da temperatura, quase insignificativo, quando se inicia o processo de cura. Verifica-se ainda que a temperatura é muito semelhante em diferentes pontos da peça (superfície).

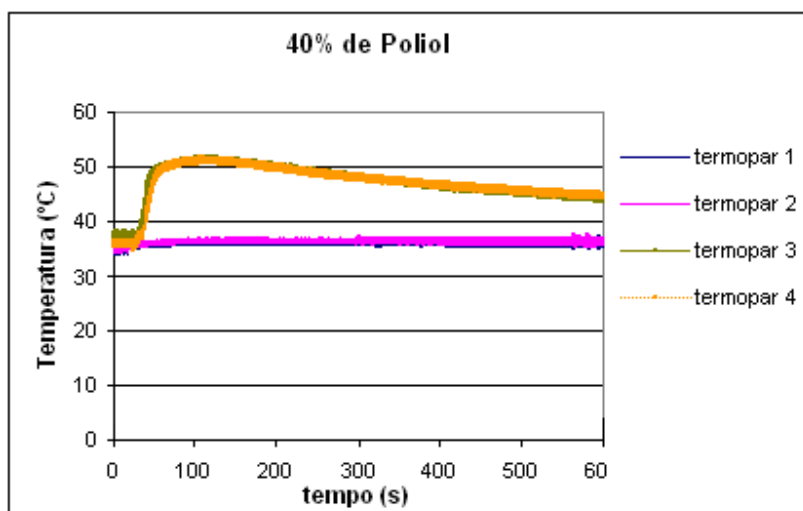
Relativamente a leitura dos termopares 3 e 4 (molde em silicone) é de salientar o crescimento da curva quando se inicia o processo de cura aumentando cerca de 15°C. O comportamento das curvas é semelhante para as três percentagens, no entanto é quando se utiliza 40% de isocianato que a temperatura é maior, embora seja uma diferença pouco significativa. À semelhança do que aconteceu com os termopares 1 e 2, a temperatura é idêntica em diferentes pontos superficiais da peça.



**Figura 6-15** – Peça 50% de polioli (termopar 1 e 2 molde de alumínio e o termopar 3 e 4 molde silicone)



**Figura 6-16** – Peça 60% de polioli (termopar 1 e 2 molde de alumínio e o termopar 3 e 4 molde silicone)

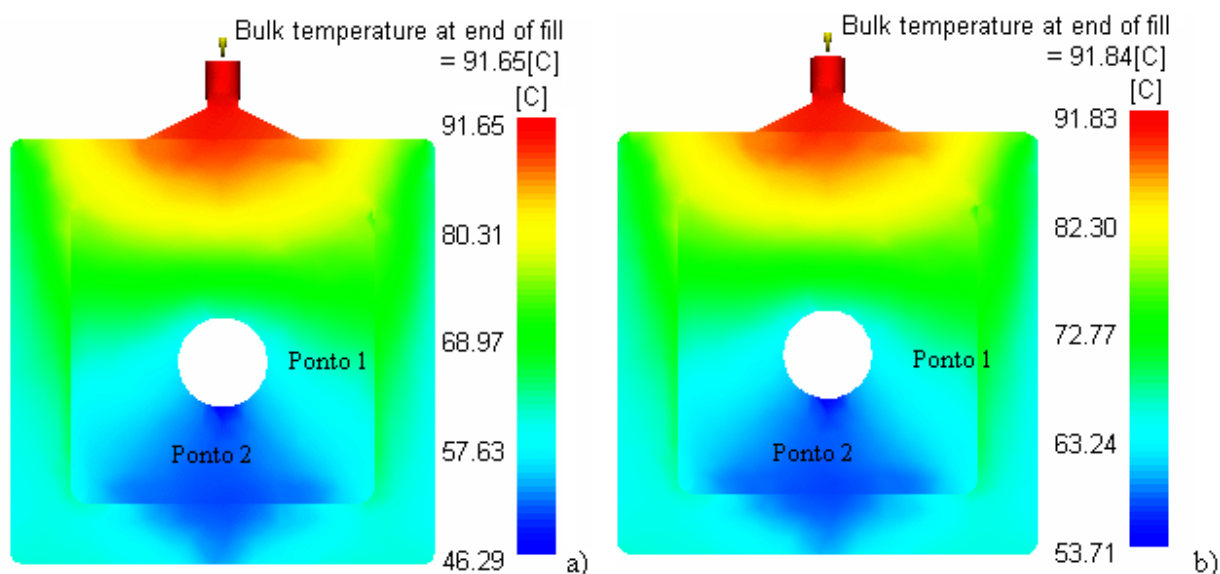


**Figura 6-17** – Peça 40% de isocianato (termopar 1 e 2 molde de alumínio e o termopar 3 e 4 molde silicone)



### 6.5.3. Comparação da temperatura simulação/ experimental

Após a obtenção dos gráficos experimentais relativos ao registo da temperatura foi feita uma comparação entre estes valores e os obtidos na simulação. Assim sendo para a comparação foram utilizados os dados obtidos para o molde em alumínio e para o molde, em silicone em ambos foi utilizado 50% de polioli (figuras 6.13 b), 6.14 a) e 6.17). As imagens seguintes dizem respeito a simulação 4, onde foi utilizada uma temperatura do molde de 30°C e á simulação 10, onde a temperatura do molde foi de 40°C.



**Figura 6-18-** Distribuição da temperatura para duas temperaturas de molde diferentes

Observando as imagens é possível verificar que na figura 6.18-a), no ponto 1, a temperatura registada é de cerca de 60°C, já no ponto 2 a temperatura registada é aproximadamente de 50°C. Relativamente a figura 6.18-b), no ponto 1 verifica-se uma temperatura de 70°C e no ponto 2 uma temperatura de 60°C, o que comparando os dois resultados é possível ver reflectido nos resultados o efeito da temperatura do molde.

Comparando os resultados experimentais e os resultados da simulação (Tabela 6.4) é possível verificar que para o molde de alumínio existe uma diferença de 10°C entre as temperaturas dos dois pontos, no entanto na parte experimental a temperatura no ponto 2 é mais alta que no ponto 1, o que não acontece na simulação. Relativamente ao molde em silicone verifica-se que, tal como na simulação a temperatura no ponto 2 é menor que a temperatura no ponto 1, no entanto a diferença das temperaturas nos dois pontos é apenas de 5°C.



De um modo geral os valores experimentais afastam-se dos valores obtidos nas simulações. No entanto esta simulação não foi possível alterar as características do material do molde no Moldflow.

**Tabela 6-4:** resultados experimentais/ simulação

		Temperatura Ponto 1 (°C)	Temperatura Ponto 2 (°C)
Simulação	Tmolde=30°C	60	50
	Tmolde=40°C	70	60
Experimental	Alumínio	56	65
	Silicone	80	75

## 6.6. *Propriedades*

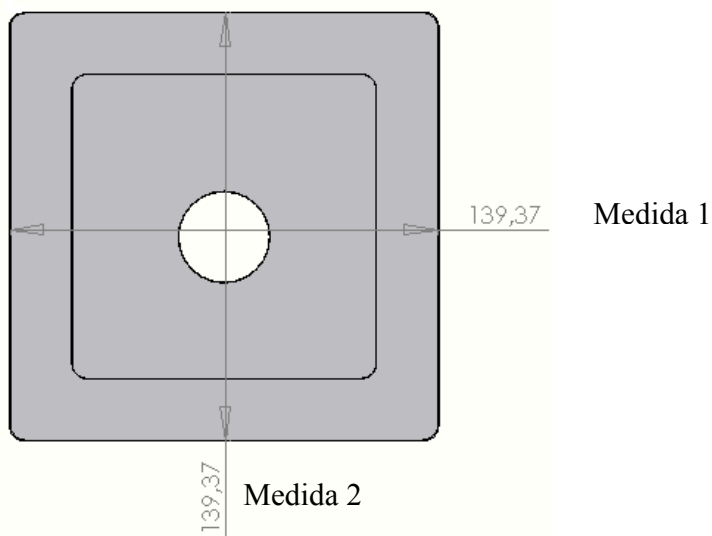
### 6.6.1. *Contração*

Nas tabelas seguintes pode-se observar que os valores de contração das peças obtidas pelo molde em poliuretano (Prolab 65) são em geral ligeiramente superiores aos valores de contração registados nas peças obtidas no molde em poliuretano (Lab850). Para ambos os moldes a contração é menor quando se utiliza maiores quantidades de polioli.

Relativamente aos restantes dois moldes (alumínio e resina com grafite), é possível verificar que os maiores valores de contração ocorrem no molde em resina com grafite.

Comparando os valores de ambas as medidas com os períodos de tempo que foram medidos, verifica-se que após a desmoldação a contração é maior do que após uma semana. Tal fenómeno poderá ser explicado devido ao facto de a cura estar ainda na fase inicial quando a peça é desmoldada, ou seja quando se mede a contração após uma semana, o material já está completamente curado e compacto.




**Figura 6-19-** Zona de medição da contração

**Tabela 6-5** – Medição da contração após desmoldação para os moldes em poliuretano

Molde	Quantidade Componentes	Peça	Medida 1 (%)	Medida 2 (%)
<b>Molde em poliuretano (lab850)</b>	50% I / 50% P	M	0,7	0,7
	60% I / 40% P	N	0,5	0,6
	40% I / 60% P	O	<b>0,3</b>	<b>0,2</b>
<b>Molde em poliuretano (Prolab 65)</b>	50% I / 50% P	J	0,6	0,9
	60% I / 40% P	K	0,8	0,7
	40% I / 60% P	L	<b>0,5</b>	<b>0,4</b>

**Tabela 6-6** – Medição da contração para o molde em alumínio e grafite

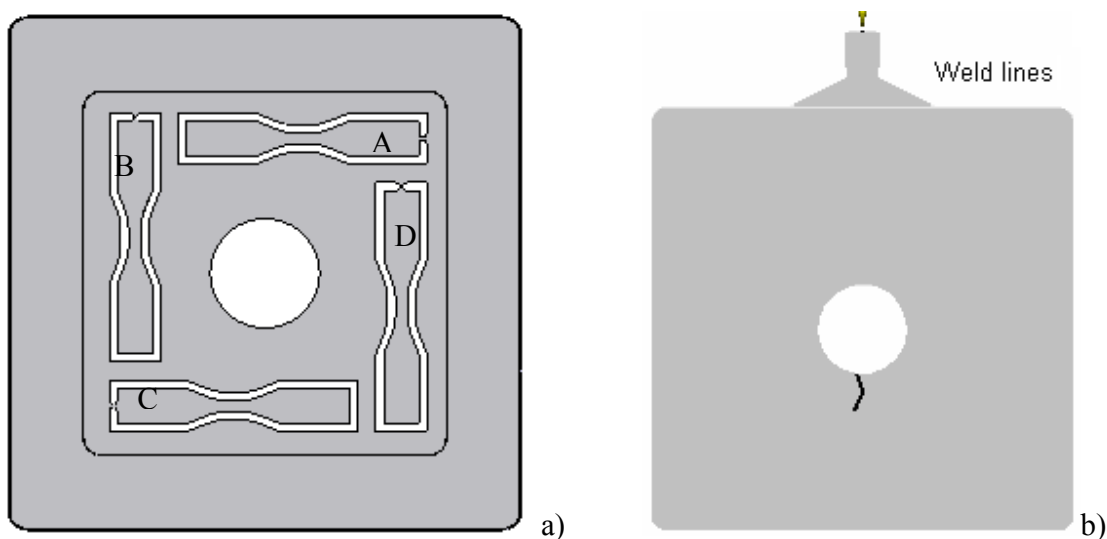
Molde	Quantidade Componentes	Peça	Após desmoldação		Após 1 semana	
			Medida 1 (%)	Medida 2 (%)	Medida 1 (%)	Medida 2 (%)
<b>Molde em alumínio</b>	50% I / 50% P	G	0,5	0,6	0,4	0,4
	60% I / 40% P	H	0,4	0,6	0,0	0,2
	40% I / 60% P	I	0,4	0,5	0,2	0,1
<b>Molde de resinas com grafite</b>	50% I / 50% P	S	0,7	0,7	0,5	0,4
	60% I / 40% P	T	0,6	0,7	0,3	0,2
	40% I / 60% P	U	0,5	0,8	0,2	0,1



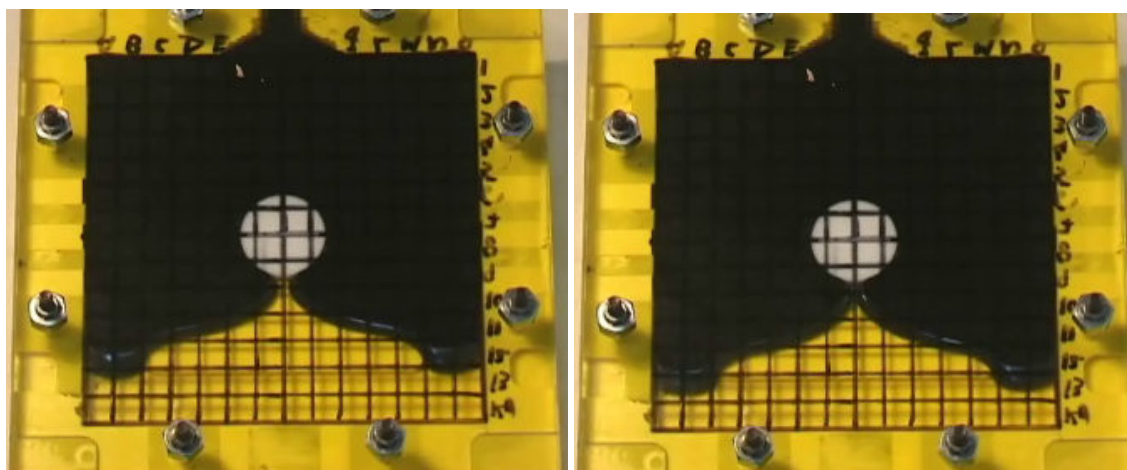
## 6.6.2. Mecânicas

### 6.6.2.1. Efeito da posição da amostra

A linha de soldadura resultante da junção de duas ou mais frentes do fluxo tem por vezes influência significativa nas propriedades mecânicas da peça. Assim, sendo foram retirados provetes, conforme ilustrado na figura 6.20 de forma a estudar a influência da linha de soldadura assim como a direcção do fluxo nas propriedades a tracção desta peça.



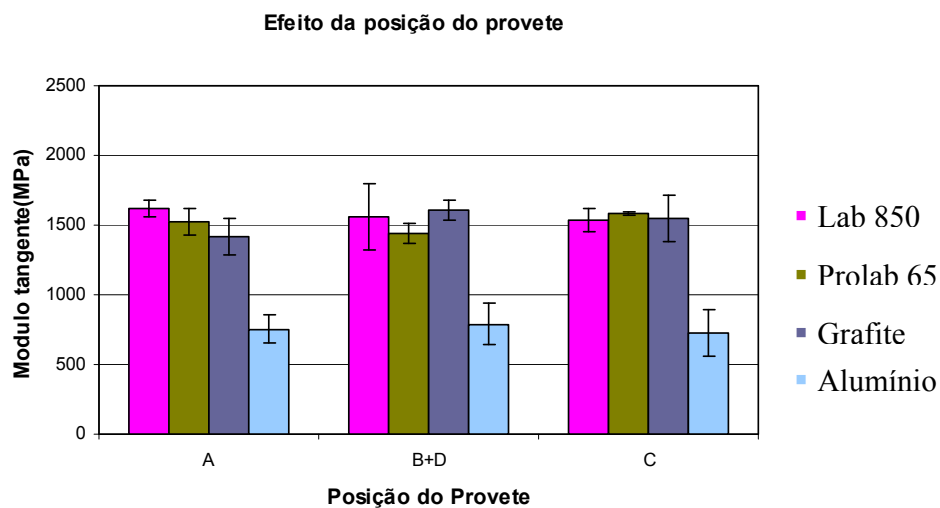
**Figura 6-20-** a)Localização dos provetes; b)Localização da linha de soldadura simulação



**Fig. 6-1-** Linha de soldadura experimental



Como forma de verificar se haveria influência da posição (diferentes orientações do fluxo) nos resultados de tracção, foram retirados provetes para os ensaios de tracção de diferentes locais da peça.



**Figura 6-21**– Efeito da posição da amostra – ensaios de tracção (50%isocianato-50% de poliol)

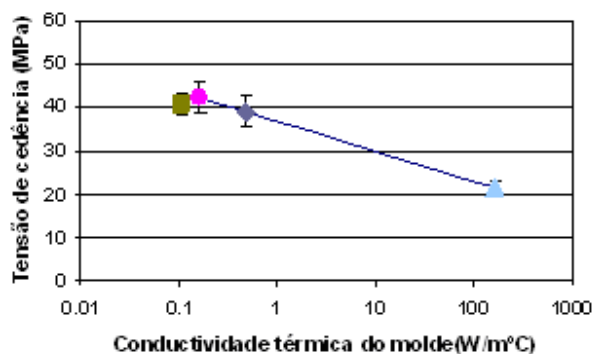
Observando a figura 6.21 é possível verificar que não existe influência significativa da posição do provete, o que nos permite concluir que a junção das duas frentes do fluxo na zona do provete C e as diferentes direcções do fluxo, não têm uma influência significativa no modulo tangente.



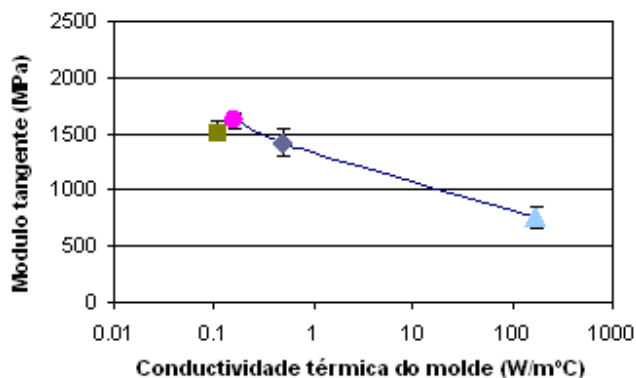
#### 6.6.2.2. Efeito do material do molde

- **Testes de tracção**

Para os ensaios de tracção serão apresentados os resultados obtidos para a tensão de cedência e para o módulo tangente.



**Figura 6-22** – Efeito do material do molde – Tensão de cedência (50%isocianato-50% de polioli)



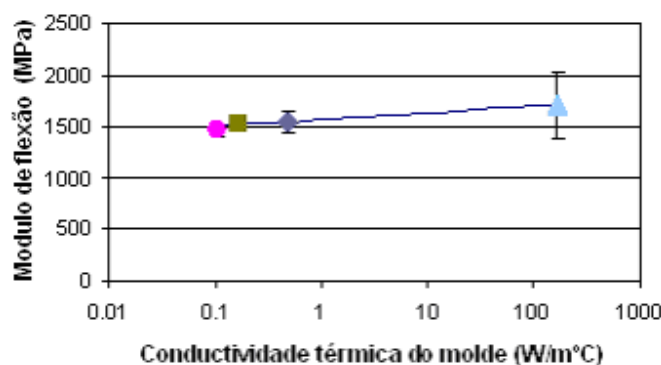
**Figura 6-23** – Efeito do material do molde – Módulo tangente (50%isocianato-50% de polioli)

Relativamente aos resultados obtidos quer para o módulo tangente quer para a tensão de cedência, poderá se dizer que existe uma descida dos valores com o aumento da condutividade térmica do material dos moldes, principalmente para valores altos da condutividade. Tal facto resulta da acumulação de uma maior quantidade de calor na cavidade quando se utilizam moldes com baixa condutividade térmica, acelerando a reacção de cura.



- **Testes de flexão em três pontos**

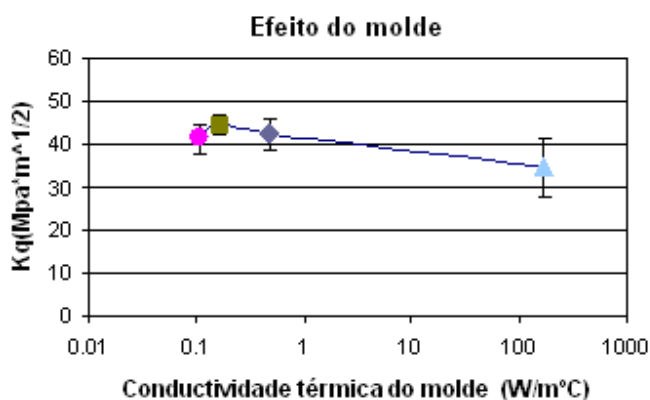
Na figura 6.24, esta representado o efeito do material do molde nos ensaios de flexão em três pontos. É possível verificar que a diferença de condutividade dos moldes não afecta os resultados registando-se um ligeiro aumento do módulo de flexão para valores elevados da condutividade térmica do material do molde.



**Figura 6-24** – Efeito do material do molde – flexão em três pontos (50%isocianato-50% de polioli)

- **Teste de fractura em três pontos**

Relativamente ao efeito do material do molde no ensaio de fractura verifica-se que existe variação significativa relativamente ao molde de alumínio. Ou seja para maiores valores de condutividade térmica o índice de fractura diminui. O aceleramento da taxa de reacção devido à baixa condutividade do molde favorece as propriedades à fractura.



**Figura 6-25** – Efeito do material do molde – testes de fractura (50%isocianato-50% de polioli)

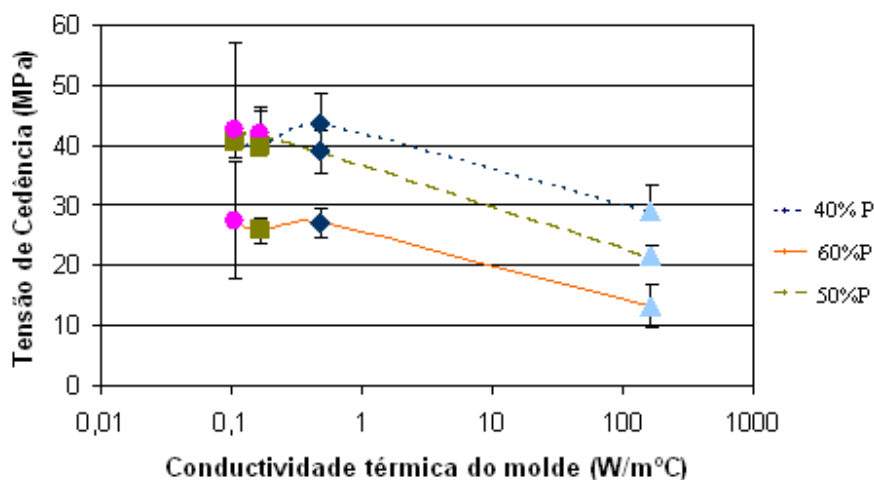


### 6.6.2.3. Efeito da percentagem de polioli

- **Testes de tracção**

Nas figuras seguintes estão representados os resultados do efeito da percentagem do polioli nos ensaios de tracção. Para estes ensaios serão apresentados os resultados obtidos na determinação da tensão de cedência e módulo tangente. Verificou-se que para as três amostras há um aumento significativo quer do módulo tangente quer do valor da tensão de cedência quando se diminui a percentagem de polioli.

Estas observações permite-nos dizer que o excesso de polioli influencia de forma significativa os resultados, uma vez que excesso de polioli que não reage fica disperso na peça, prejudicando o comportamento mecânico à tracção. Relativamente ao excesso de isocianato, este irá originar reacções secundárias, no entanto verifica-se que essas reacções secundárias não têm influência significativa nos resultados á tracção, uma vez que os resultados são semelhantes aos obtidos para a percentagem de 50% de polioli.



**Figura 6-26** – Efeito da percentagem do polioli vs material do molde – Tensão de cedência

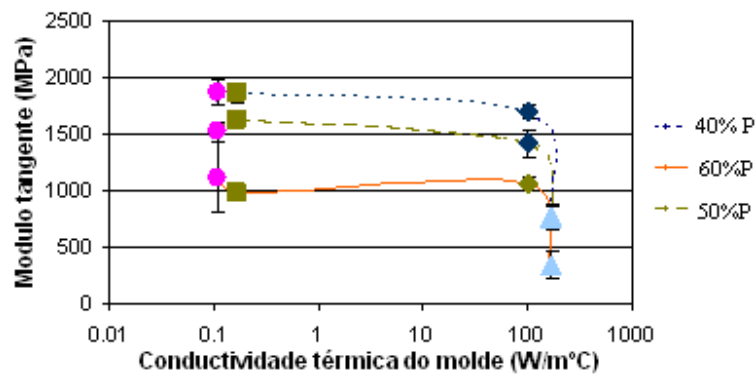


Figura 6-27 – Efeito da percentagem do polioliol vs material do molde – Módulo tangente

- Testes de flexão em três pontos

Na figura abaixo podemos observar o efeito da percentagem de polioliol para os vários moldes e é possível verificar que para todos os moldes, o módulo de flexão baixa substancialmente quando se utiliza maior percentagem de polioliol, tal facto se deve a presença de excesso de polioliol que não reage com o isocianato.

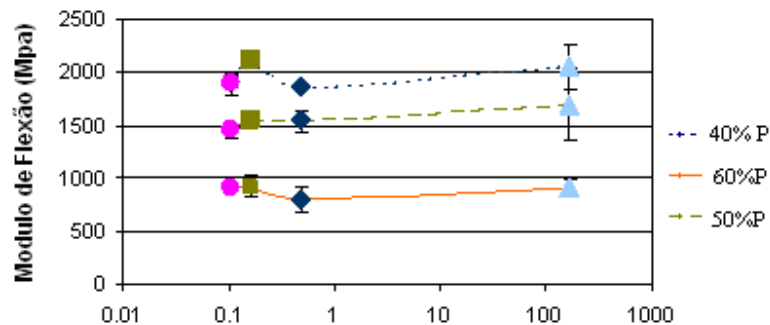


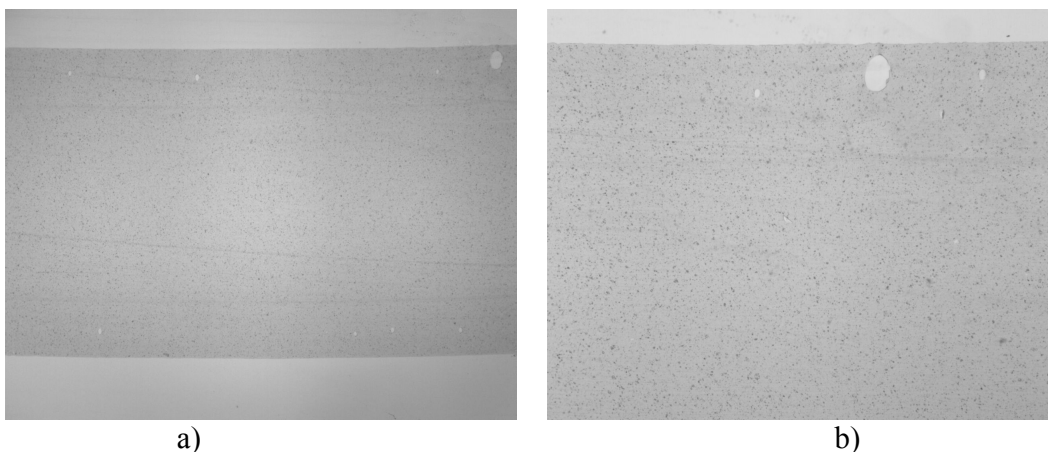
Figura 6.29 – Efeito da percentagem de polioliol vs material do molde – teste de flexão



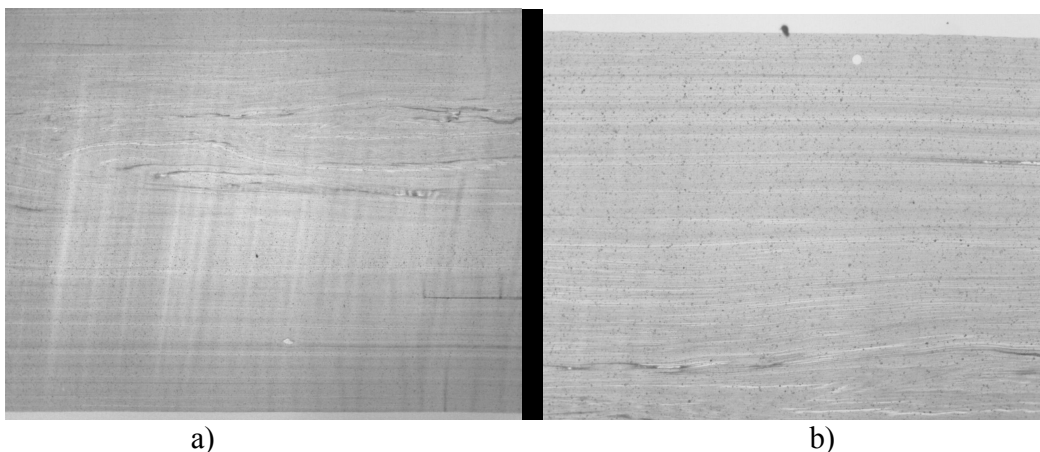
## 6.7. Morfologia

### 6.7.1. Microscopia óptica

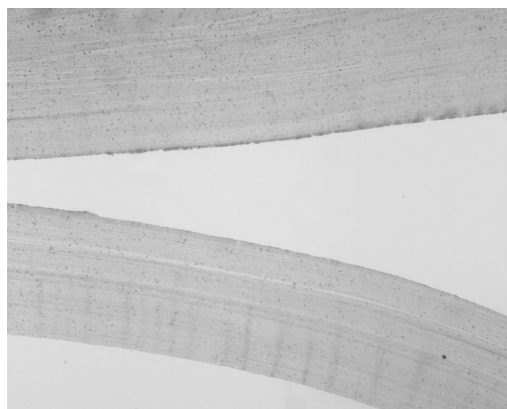
Foram realizadas algumas análises microscópicas em varias peças, nomeadamente na peça N (40% poliol/60% isocianato) e na peça O (60% poliol /40% isocianato). Ambas as peças foram produzidas, utilizando o molde em poliuretano Prolab 65. Estas peças foram seleccionadas tendo em conta os resultados obtidos nos ensaios mecânicos, ou seja representam as condições limite. Para esta análise utilizou-se um microscópio óptico e um micrótomo para corte das amostras. As preparações foram observadas em campo claro com duas objectivas diferentes (objectivas de 2x e 4x).



**Figura 6-28-** Imagens da peça N (40%poliol/60%isocianato): a)objectiva de 2x b) objectiva de 4x







c)

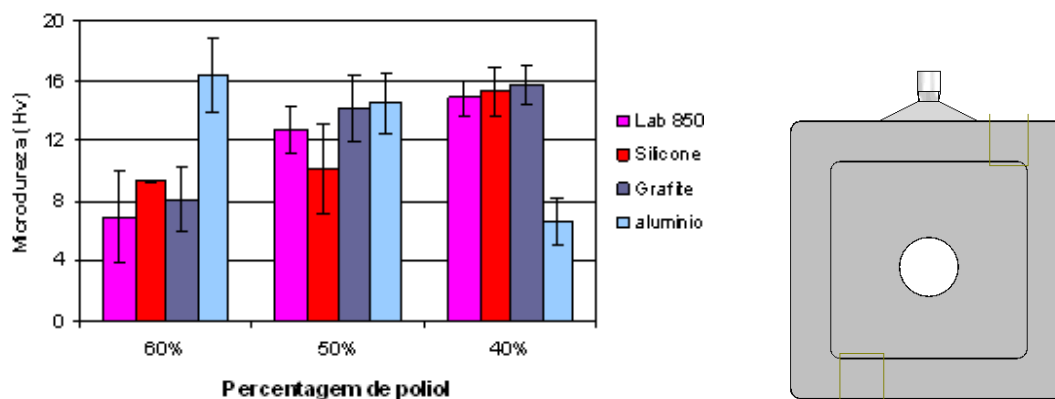
**Figura 6-29** – Imagens da peça O (40%Isocianato /60%polioliol): a) objectiva de 2x; b)e C) objectiva de 4x

Observando as imagens anteriores verifica-se a presença de pequenos vazios na estrutura das peças. No entanto, na peça N esses vazios aparecem com mais frequência, comparativamente com a peça O, devido há maior percentagem de isocianato.

Na peça O, verifica-se a aglomeração de pigmentos, uma vez que se utilizou uma maior percentagem de polioliol. Estes aglomerados de pigmentos parece criar pontos frágeis na estrutura, provocando rotura, este efeito pode ser visto com mais clareza na figura 6.29c).

### 6.7.2. Análises de microdureza

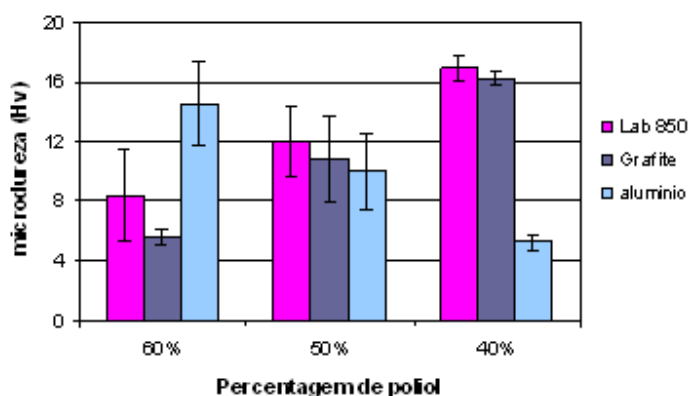
Relativamente a avaliação da microdureza na superfície 1 observa-se pela figura, que para os moldes com menores condutividades térmicas os valores de microdureza aumentam com a diminuição da percentagem de polioliol. Relativamente ao molde em alumínio verifica-se o oposto, ou seja, há um decréscimo dos valores da microdureza com a diminuição da percentagem de polioliol.



**Figura 6-30** – Avaliação da microdureza na superfície 1



Relativamente á superfície 2 é necessário salientar que não foram feitos os ensaios para o molde em silicone. No entanto podemos observar no gráfico que os resultados são similares aos obtidos para a superfície 1, quer em termos de comportamento quer em termos dos valores da microdureza.



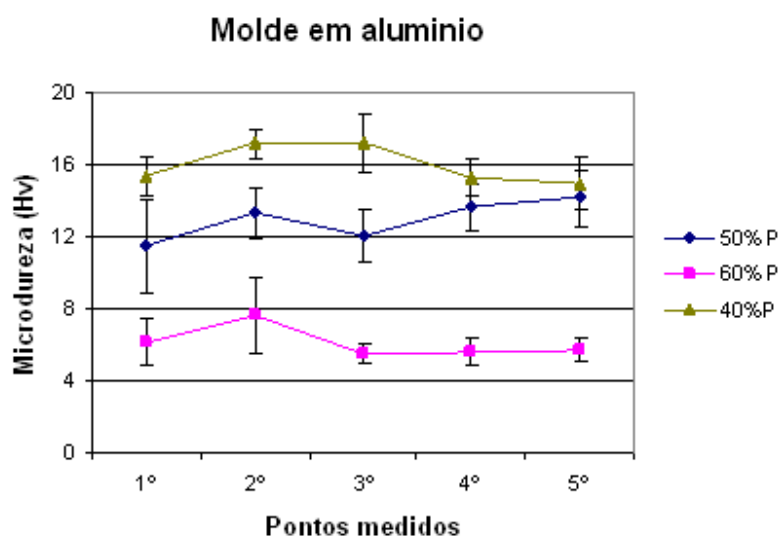
**Figura 6-31** – Avaliação da microdureza na superfície 2

Relativamente ao efeito do material do molde verifica-se que, quer para a superfície 1 quer para a superfície 2, os diferentes materiais do molde não apresentam influência significativa na microdureza, uma vez que o desvio padrão é bastante elevado. Comparando os valores da microdureza entre as duas superfícies, também não se registam variações significativas.

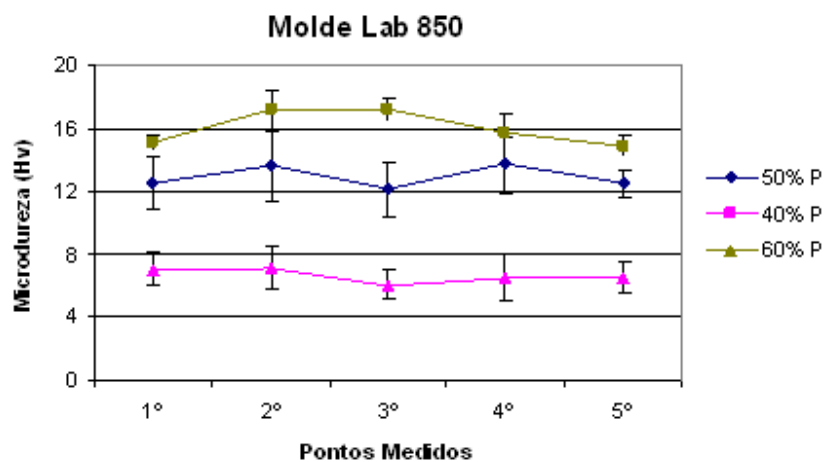


### 6.7.3. Microdureza ao longo da espessura

Relativamente a avaliação da microdureza ao longo da espessura é possível verificar que em ambos os moldes a variação da microdureza ao longo da espessura da peça não é muito significativa, uma vez que o desvio padrão é bastante elevado em alguns pontos. É de salientar também que a distribuição da microdureza ao longo da peça não apresenta um comportamento linear.



**Figura 6-32** - Avaliação da microdureza ao longo da espessura – molde em alumínio



**Figura 6-33** – Avaliação da microdureza ao longo



## 6.7.4. Ensaios de SEM

### 6.7.4.1. Análise da superfície fracturada nos ensaios de impacto

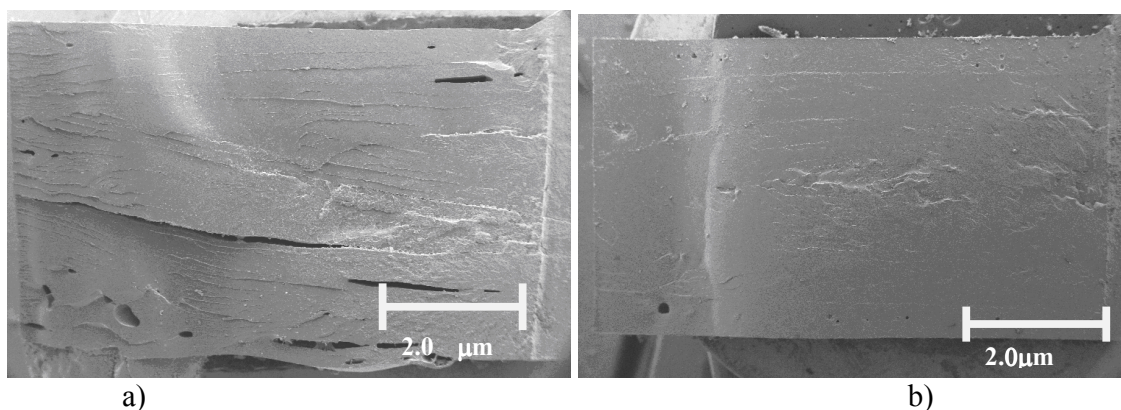
Inicialmente foi feito um estudo de forma a analisar através da superfície de fractura o efeito do material do molde. Assim sendo de seguida serão apresentadas algumas imagens com diferentes ampliações de peças produzidas para o molde em alumínio e para o molde em PU Lab 850.

#### ■ *Efeito do material do molde*

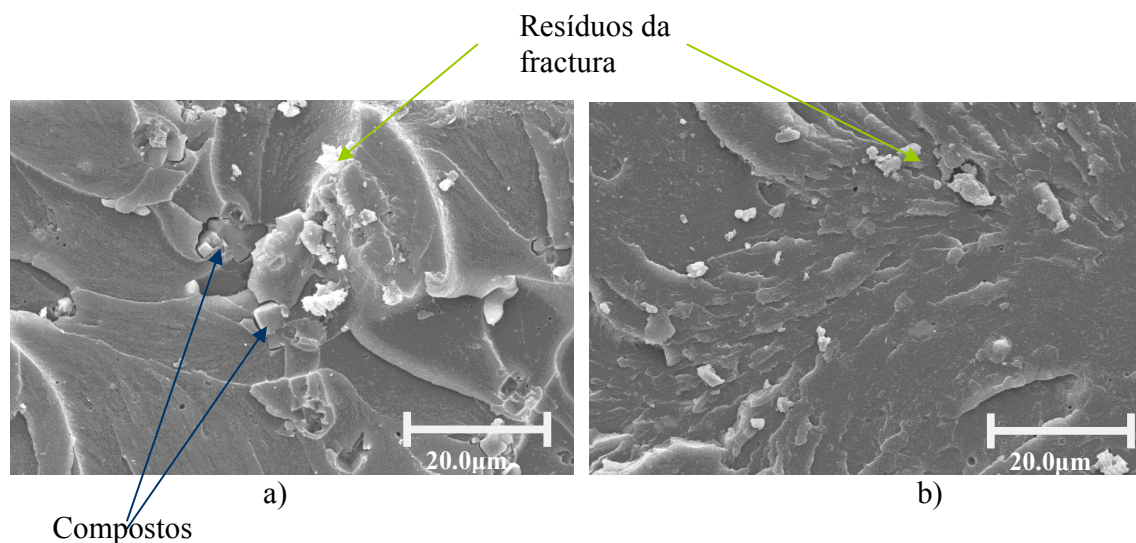
Pela observação das diferentes ampliações verifica-se que quando se utiliza o molde em alumínio surge o aparecimento de fendas e buracos. Os buracos são mais visíveis na ampliação de 12x. A presença de buracos em maior número e tamanho no molde em alumínio do que no PU lab 850 deve-se ao facto de sistema de escapes de gases ser mais eficiente no molde de PU Lab 850, nomeadamente o escape de gases realizado pela linha de partição, uma vez que o sistema de fecho do molde de alumínio é mais eficiente do que para o outro molde e dificulta a saída de gases pela linha de partição.

Outra observação importante que se retira destas imagens é a forma da fractura do provete, verifica-se que para o molde de alumínio a superfície de fractura é mais lascada, ou seja, nota-se que o material é mais quebradiço o que se deve a uma aumento de rigidez.

Por último verifica-se a presença de alguns compostos tais como cálcio, silício, alumínio, potássio principalmente nas peças moldadas no molde em alumínio.



**Figura 6-34-** a) Molde em alumínio; b) molde PU lab 850 (ampliação 12x)



**Figura 6-35** – a) Molde em alumínio; b) molde PU lab 850 (ampliação de 1000x)

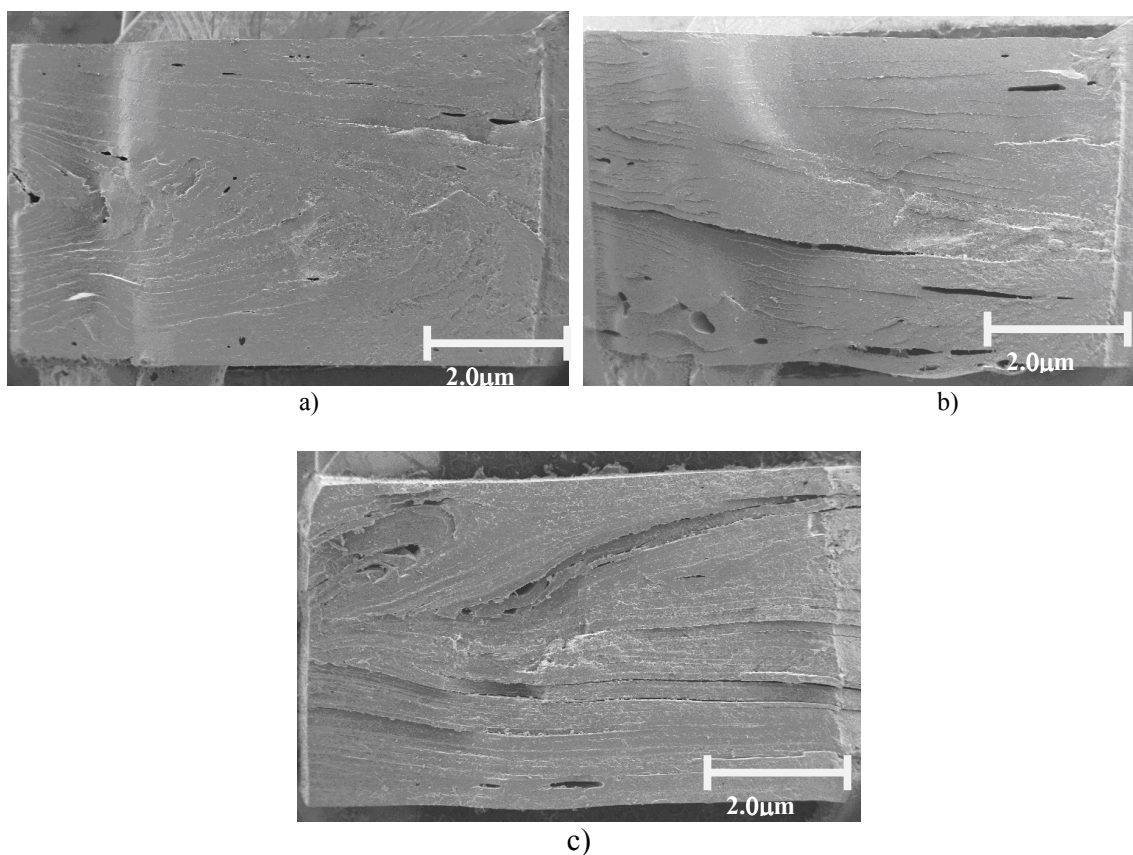
#### ■ *Efeito da percentagem de polioli*

De seguida serão apresentadas algumas das imagens obtidas no SEM na zona de fractura mas desta vez com o intuito de verificar o efeito da percentagem de polioli. Inicialmente serão demonstradas as imagens da superfície de fractura das peças obtidas no molde em alumínio.

Relativamente ao efeito da percentagem de polioli verifica-se que quando a percentagem do polioli é maior a superfície de fractura apresenta um maior número de fendas. É de salientar também que à medida que se aumenta a percentagem de polioli é possível observar na superfície marcas de fluxo que são mais evidentes para maiores percentagens de polioli (ampliação de 12x). Nota-se ainda que para a ampliação de 12x e para a peça na qual se utiliza menor percentagem de polioli os orifícios resultantes da presença de gases apresentam maiores dimensões.

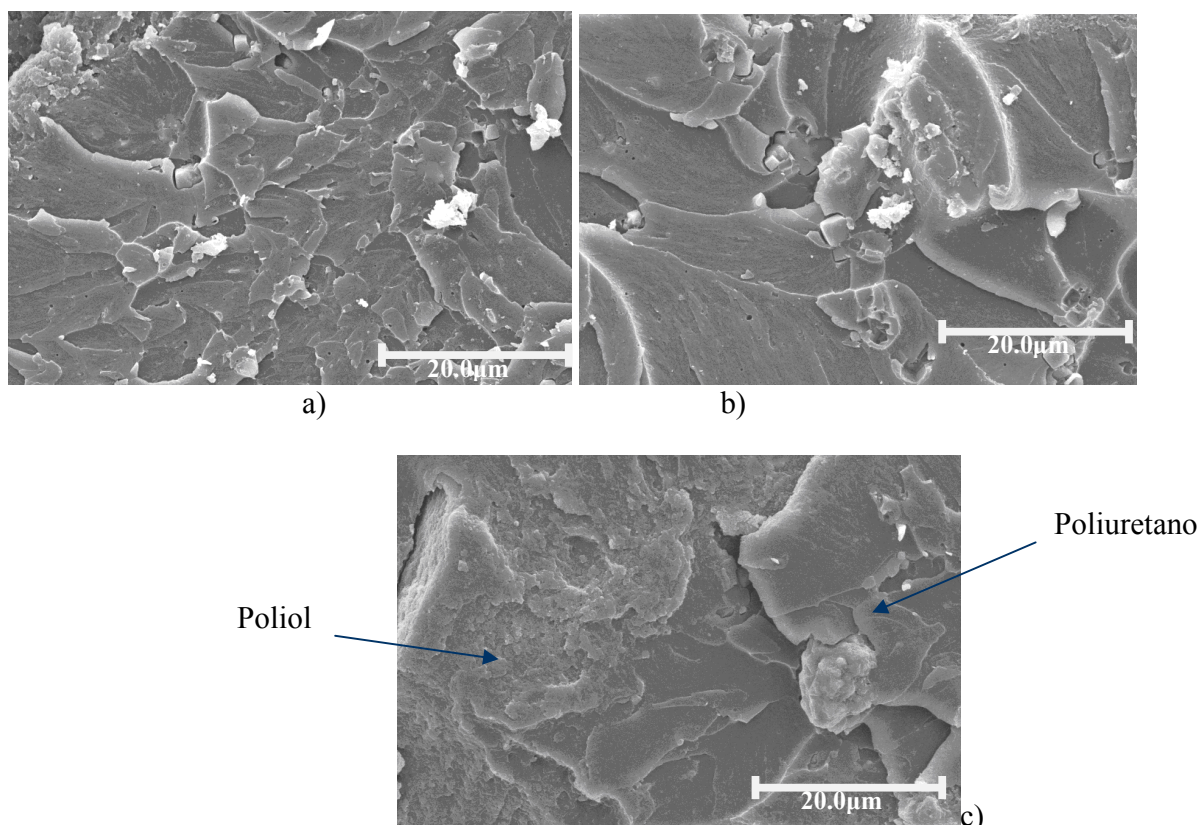
Na imagem c) da figura 6.37 é possível verificar a presença de excesso de polioli que não reagiu.

Nas imagens de maior ampliação é também possível observar mais uma vez a presença dos mesmos compostos que foram referidos anteriormente para o molde em alumínio.



**Figura 6-36-** a) 50% Polioli; b) 40% Polioli; c) 60% de polioli(ampliação de 12x)



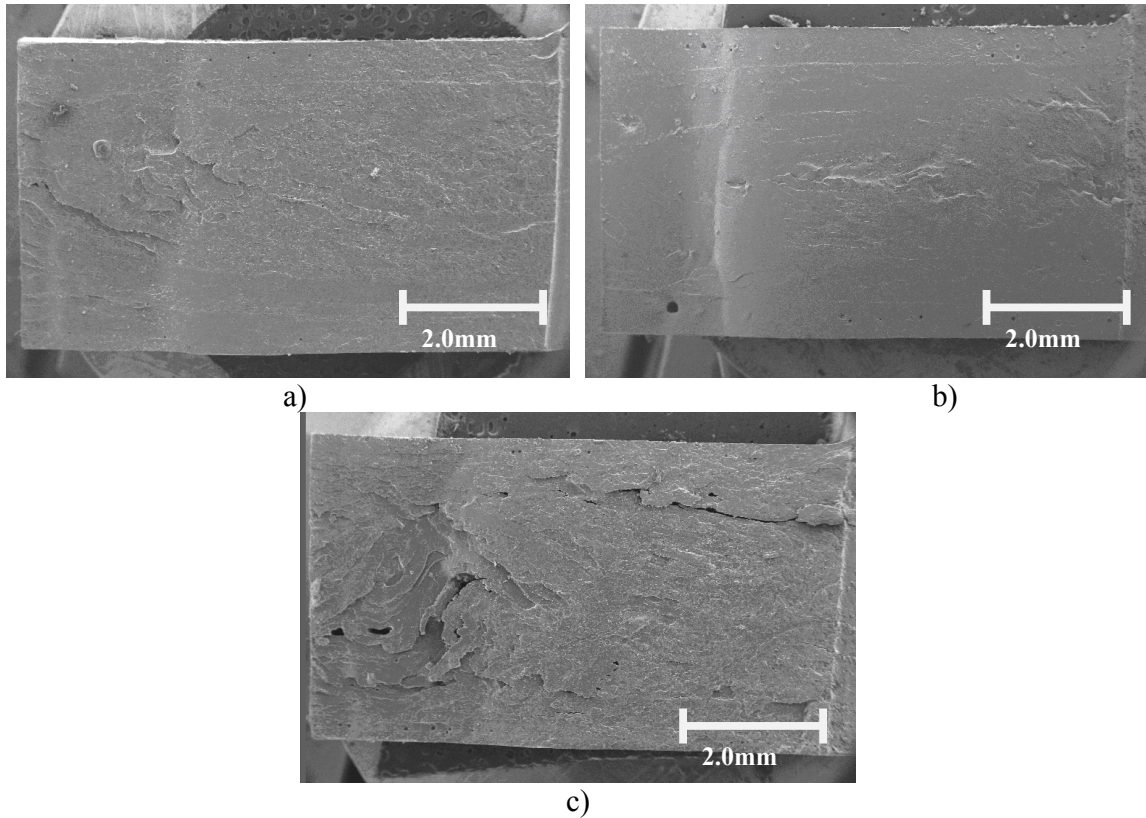


**Figura 6-37-** a) 50% Polioli; b) 40% Polioli; c) 60% de polioli (ampliação de 1000x)

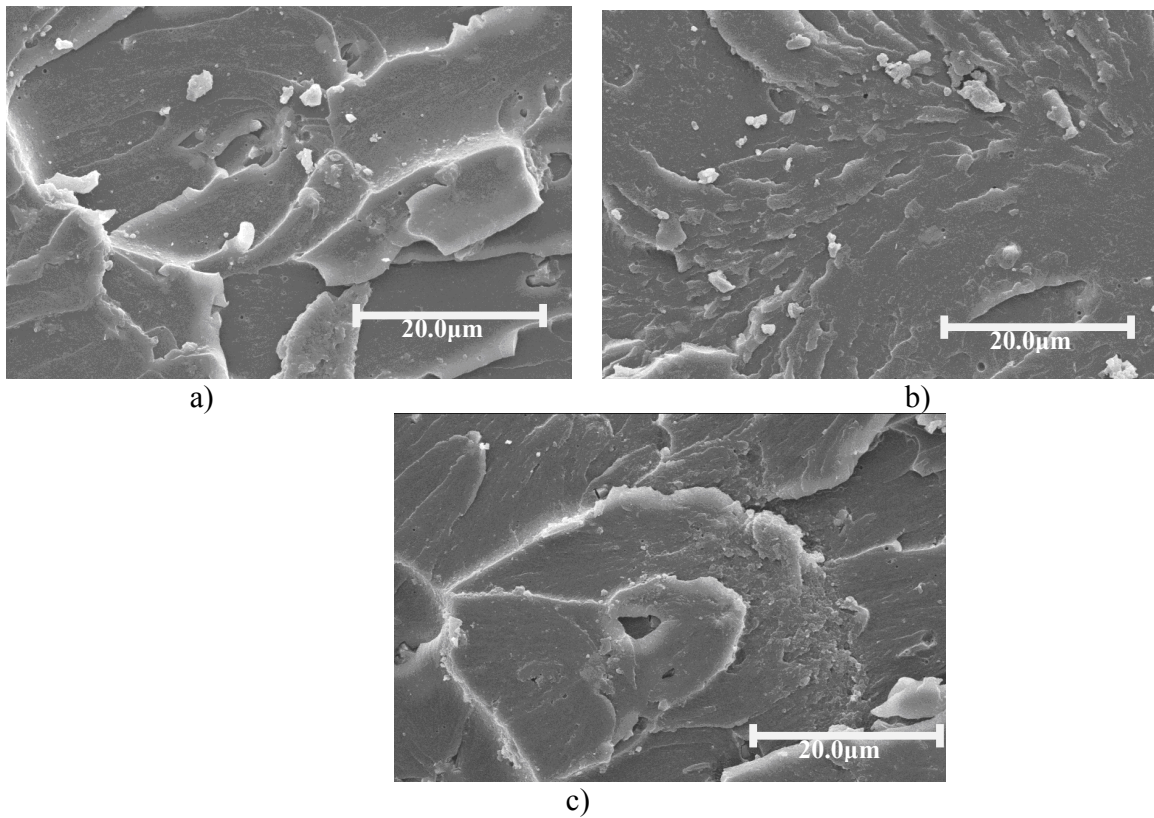
Nas figuras 6.38 e 6.39 serão apresentadas as imagens relativas ao molde de Pu Lab 850 e será analisado o efeito da percentagem de polioli.

Relativamente a este efeito nas peças obtidas no molde em PU lab 850, verifica-se nas imagens com ampliação de 12x que a superfície de fractura apresenta um aumento de rugosidade quando se aumenta a percentagem de polioli. Esta rugosidade deve-se talvez ao facto de maiores percentagem de polioli tornarem o material mais rígido e quebradiço, resultando numa superfície lascada aquando da fractura.

Nas imagens com ampliação de 1000x é possível observar o excesso de polioli, nomeadamente na imagem c), que não reagiu.



**Figura 6-38-** a)50% Polioliol; b) 40% Polioliol; c) 60% de polioliol (ampliação de 12)



**Figura 6-39-** 50% Polioliol; b) 40% Polioliol; c) 60% de polioliol (ampliação 1000)





#### 6.7.4.2. Modelo cinético

De seguida serão apresentados os resultados obtidos, quer para o modelo Kamal, que é utilizado nos softwares de simulação, quer para o novo modelo (desenvolvido por Paulo Bártolo e Artur Mateus) e ainda os resultados obtidos experimentalmente. Neste estudo irá ser feita uma comparação entre estes resultados e será estudado também o efeito da percentagem de material e o efeito do aumento da temperatura que esta directamente relacionado com a condutividade térmica do material do molde.

- ***Estudo do efeito da percentagem de material***

Neste estudo irá ser feita uma comparação dos resultados obtidos quer experimentalmente, quer para o modelo Kamal, quer para o novo modelo cinético. Será feita também uma análise dos resultados para as diferentes percentagens utilizadas (40%, 50% e 60% de polioliol).

- **40% de Polioliol**

Relativamente à experiência em que foi utilizado 40% de polioliol (figura 40), é possível verificar que, o comportamento dos resultados obtidos é muito semelhantes aos obtidos para o modelo cinético, ou seja os valores máximos de % de material curado são semelhantes (0.9%). Relativamente aos resultados obtidos através do modelo Kamal verifica-se que são ligeiramente superiores aos obtidos experimentalmente, sendo a percentagem de material curado próxima de 1%, ou seja segundo este modelo praticamente todo o material está curado.

Na figura 40 é também possível observar que para os resultados obtidos experimentalmente há um aumento da % de material curado com o aumento da temperatura, assim sendo verifica-se para ambos os gráficos que é para uma temperatura. Comparando os resultados experimentais e os do modelo cinético verifica-se que à temperatura próxima dos 140°C obtêm-se o valor máximo de % de material curado. No entanto é de salientar que existe um pico para uma temperatura de 50°C, em que se verifica um ligeiro aumento da % de material curado. Comparando estes dois resultados com os resultados obtidos através do modelo de Kamal, verifica-se que neste último os valores



relativos a % de material curado são muito uniformes, não se registrando variação significativa com o aumento da temperatura.

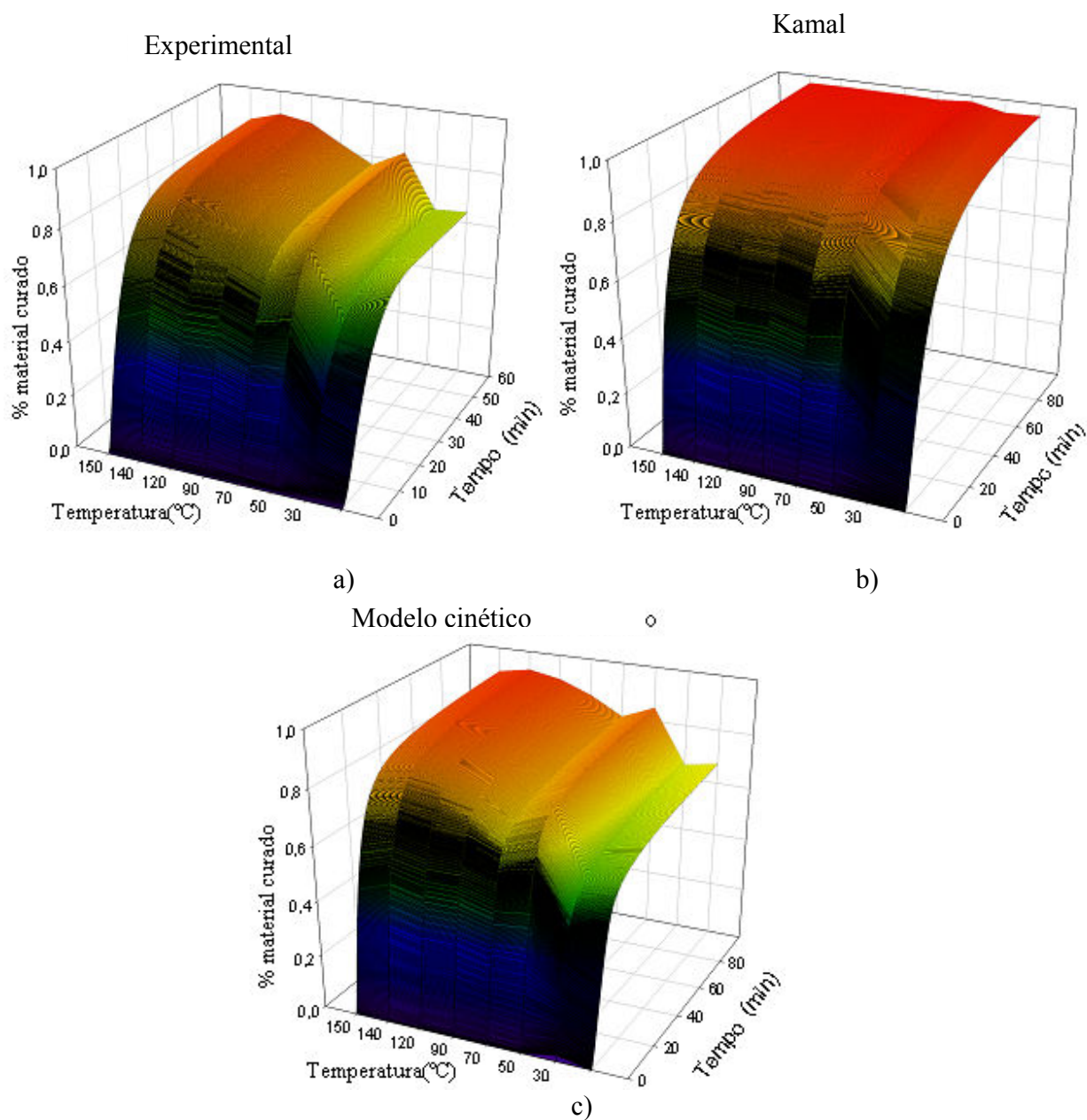


Figura 6-40a) Experimental; b) modelo kamal; c) novo modelo cinético

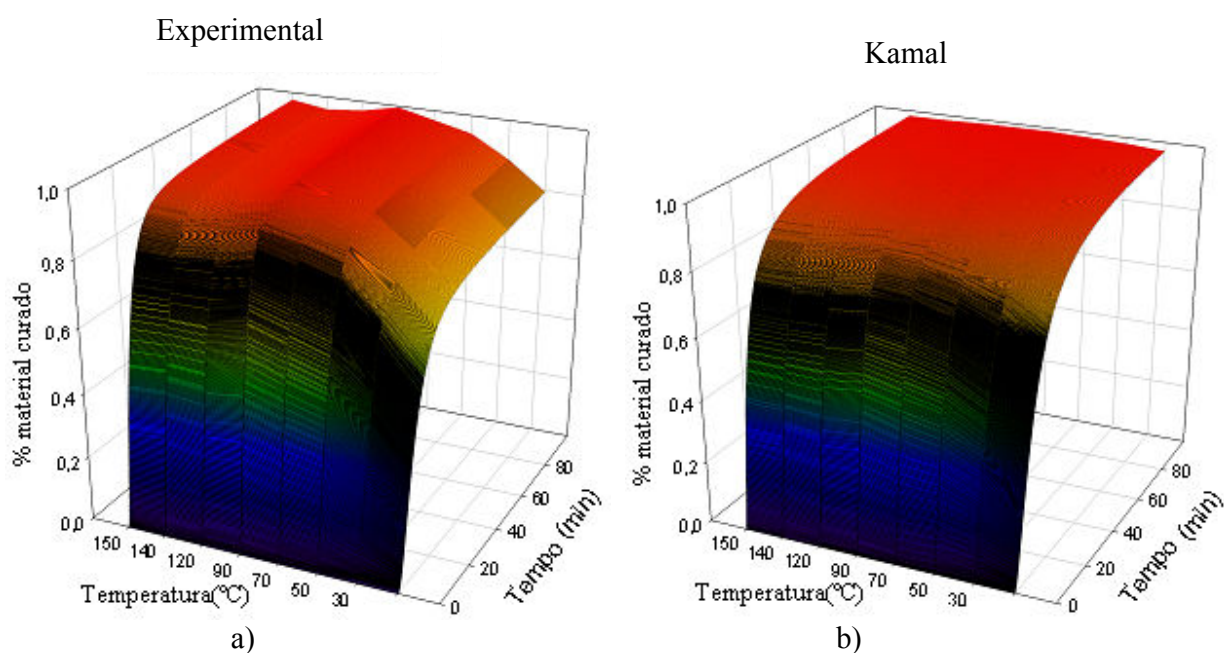


➤ **50% de Polioli**

Para percentagens de 50% de polioli (figura 41), que os resultados obtidos no modelo cinético aproximam-se bastante dos resultados obtidos experimentalmente. No entanto verifica-se uma ligeira diferença na % de material curado para valores de temperatura superiores 90°C.

Para esta percentagem verifica-se também que os resultados obtidos no modelo Kamal, já estão mais próximos dos obtidos experimentalmente, no entanto apresenta ainda uma grande uniformidade nos valores de material curado ao longo da temperatura, uniformidade esta que não é seguida pelos valores experimentais.

Através da observação deste resultados, nomeadamente da figura a) e c), verifica-se que quando se utiliza uma percentagem de 50% de polioli, o valor máximo de material curado obtém-se para temperaturas da ordem dos 90°C e obtém-se valores próximos de 1% para esta temperatura.





## Modelo cinético

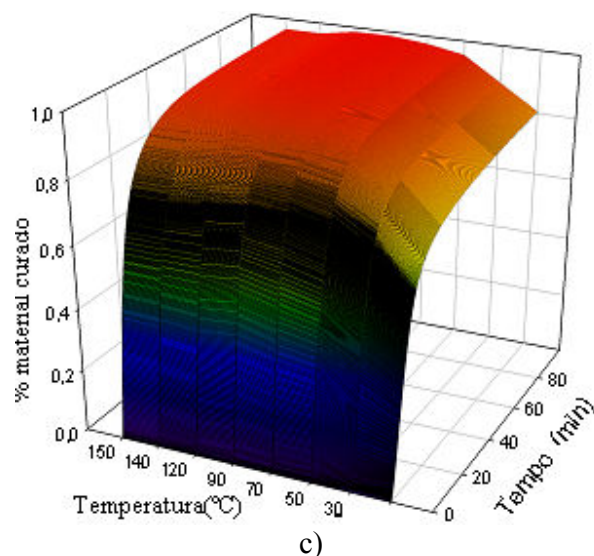


Figura 6-41- a) Experimental; b)Kamal; c) modelo cinético

➤ **60% de Poliol**

Para percentagens de 60% de poliol verifica-se mais uma vez que os resultados experimentais e os resultados do modelo cinético são muito próximos, obtendo-se valores máximos de material curado próximos de 0.8% para temperaturas de 120°C. Relativamente aos resultados referentes ao modelo Kamal, observa-se novamente que os resultados são relativamente diferentes aos obtidos experimentalmente e no modelo cinético. Verifica-se mais uma vez a uniformidade dos valores de percentagem de material curado, ao fim de 80 minutos e ainda que praticamente todo material está curado, o que não acontece na realidade.

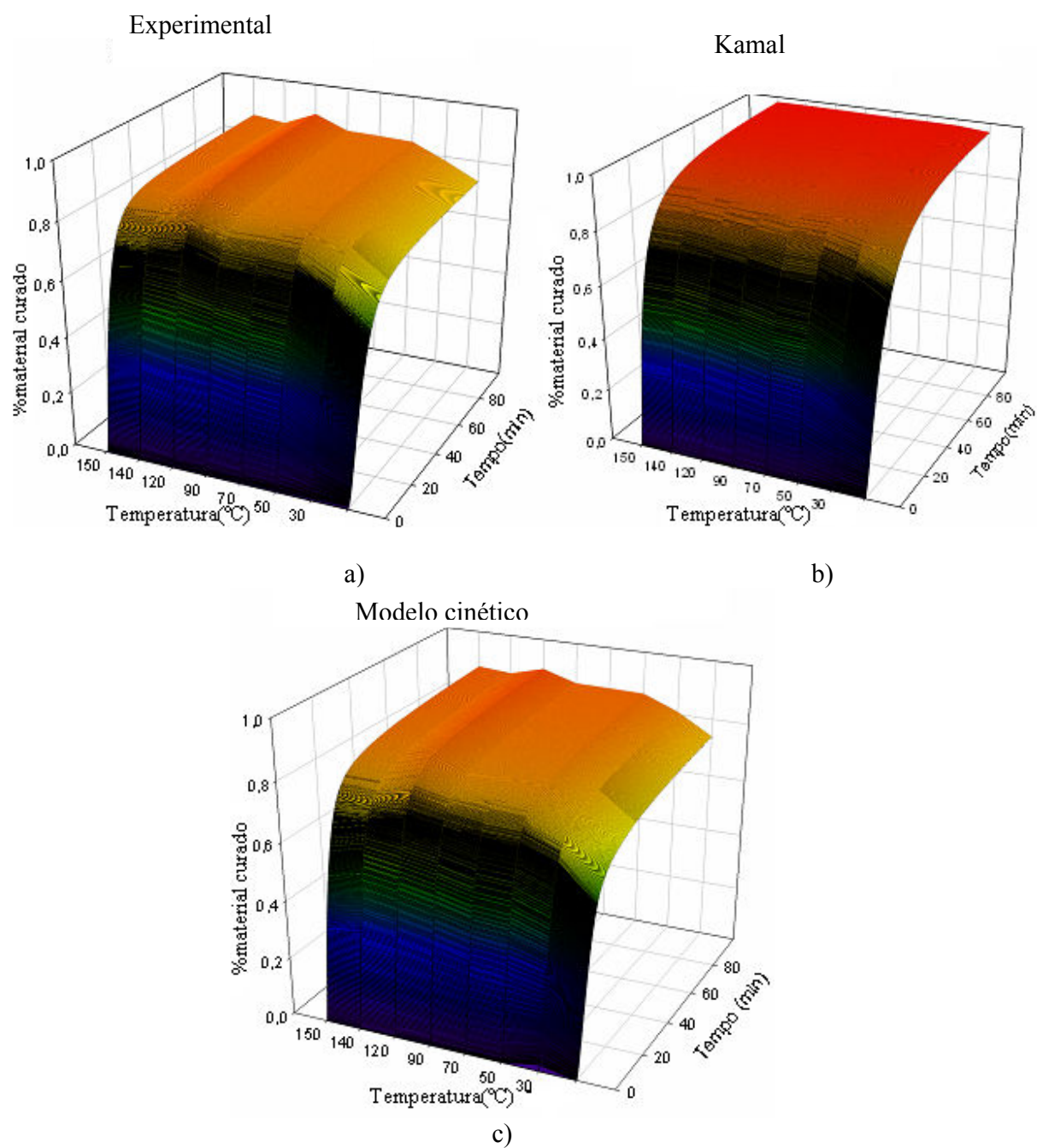


Figura 6-42 – a) Experimental; b) Kamal; c) modelo cinético





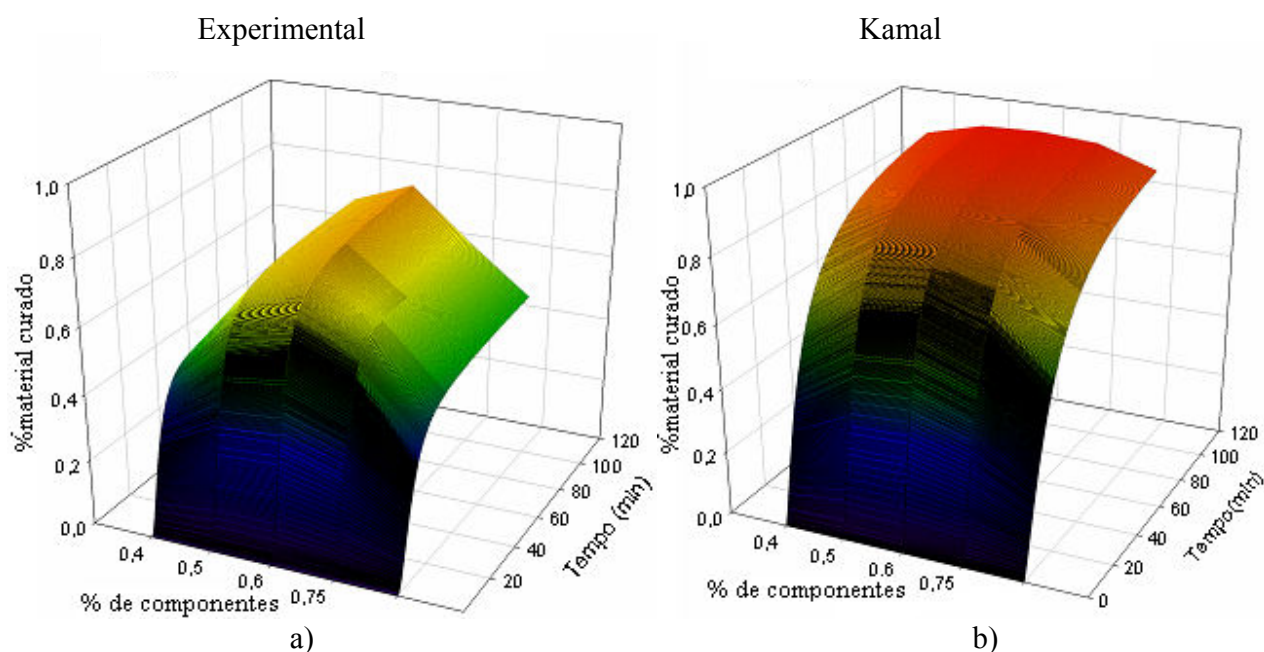
### ▪ *Efeito do aumento da temperatura*

Nas figuras que se seguem será feito um estudo de comparação entre os resultados obtidos experimentalmente, obtidos pelo modelo Kamal, e os obtidos pelo novo modelo cinético. Será também feita uma análise do efeito do aumento da temperatura. Neste estudo foi variada a temperatura usando-se valores de 30°C, 70°C e 150°C.

#### ➤ **Temperatura de 30°C**

Nas figuras seguintes, observa-se que para uma temperatura de 30°C, os resultados obtidos experimentalmente são idênticos aos obtidos pelo modelo cinético, afastando-se bastante dos resultados fornecidos pelo modelo Kamal. Pelas figuras a) e c) verifica-se que o pico de material curado ( $\approx 0.7\%$ ) acontece em ambos os casos para percentagens de 60% de polioli, decrescendo para ambos os extremos.

Relativamente aos resultados obtidos no modelo kamal, também para estas condições os resultados são bastante diferentes, observando-se de nova uma uniformidade do valor máximo do material curado, mas desta vez ao longo das diferentes percentagens





## Modelo cinético

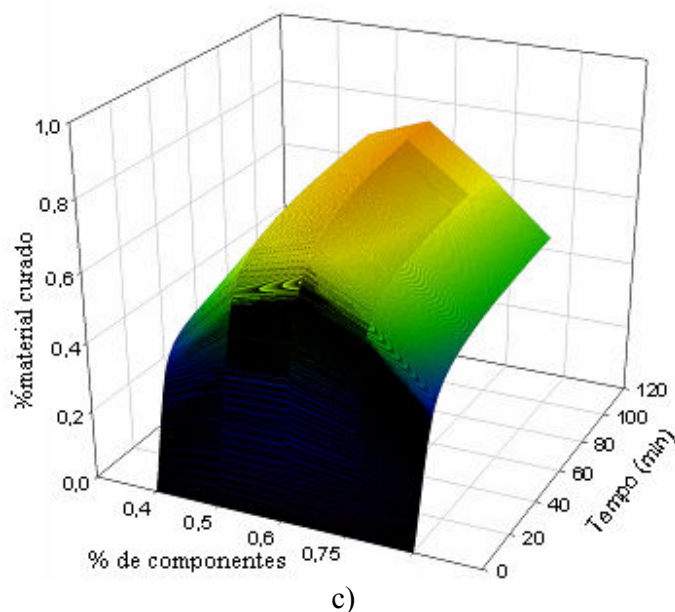


Figura 6-43 – a) Experimental; b) Kamal; c) modelo cinético

## ➤ Temperatura 70°C

Para o ensaio realizado a uma temperatura de 70°C, novamente os resultados do modelo cinético aproximam-se dos valores experimentais. Para este caso o pico máximo de material curado é de 0.9%, ocorrendo para a percentagem de 60% de poliol. Analisando as figuras a) e c) observa-se também que a % de material curado decresce para os extremos das quantidades dos componentes. Comparando estes resultados com os obtidos para a temperatura de 30, é possível verificar, que há um aumento da % de material curado com o aumento da temperatura.

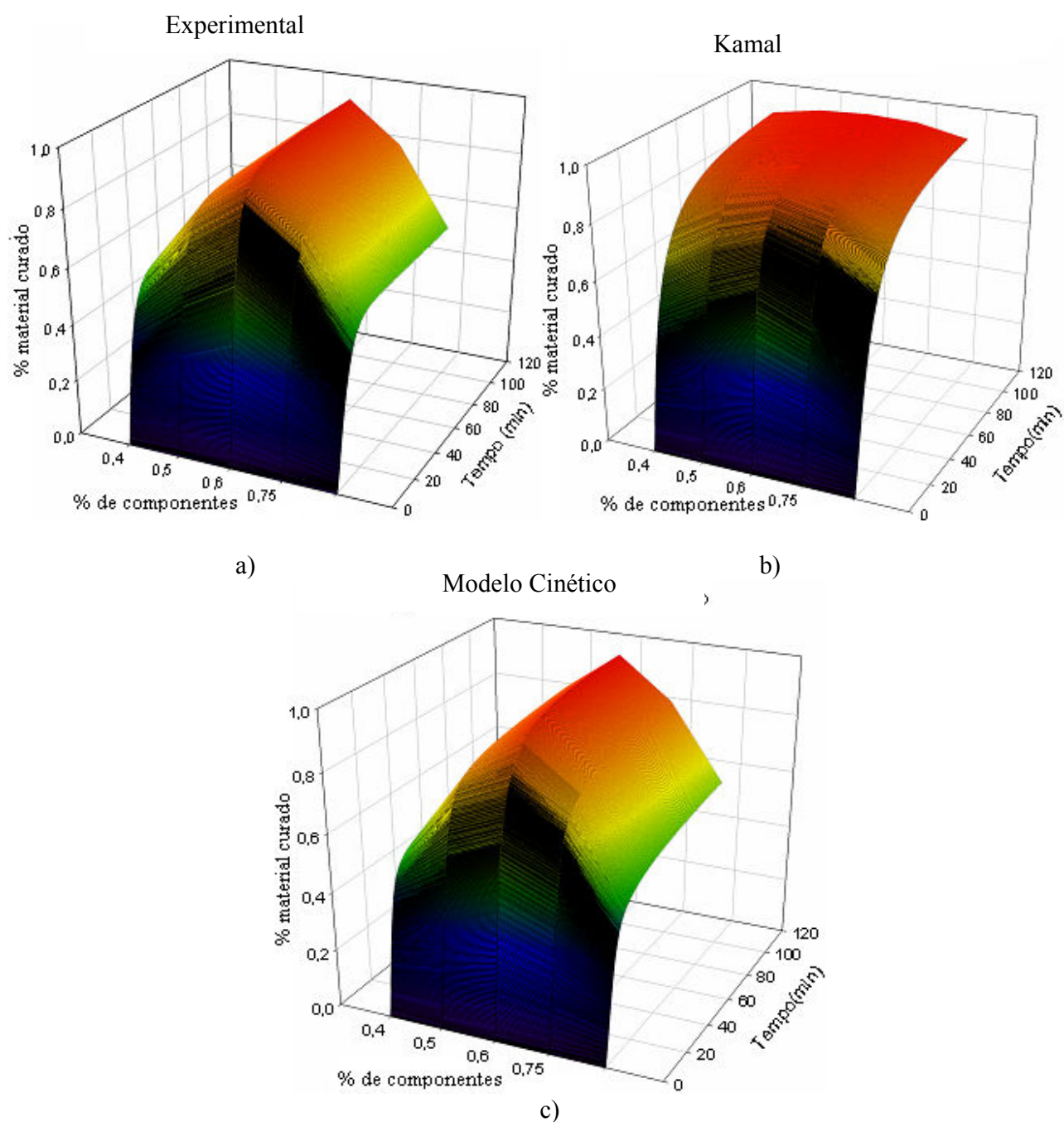


Figura 6-44- a) Experimental; b)Kamal; c) modelo cinético

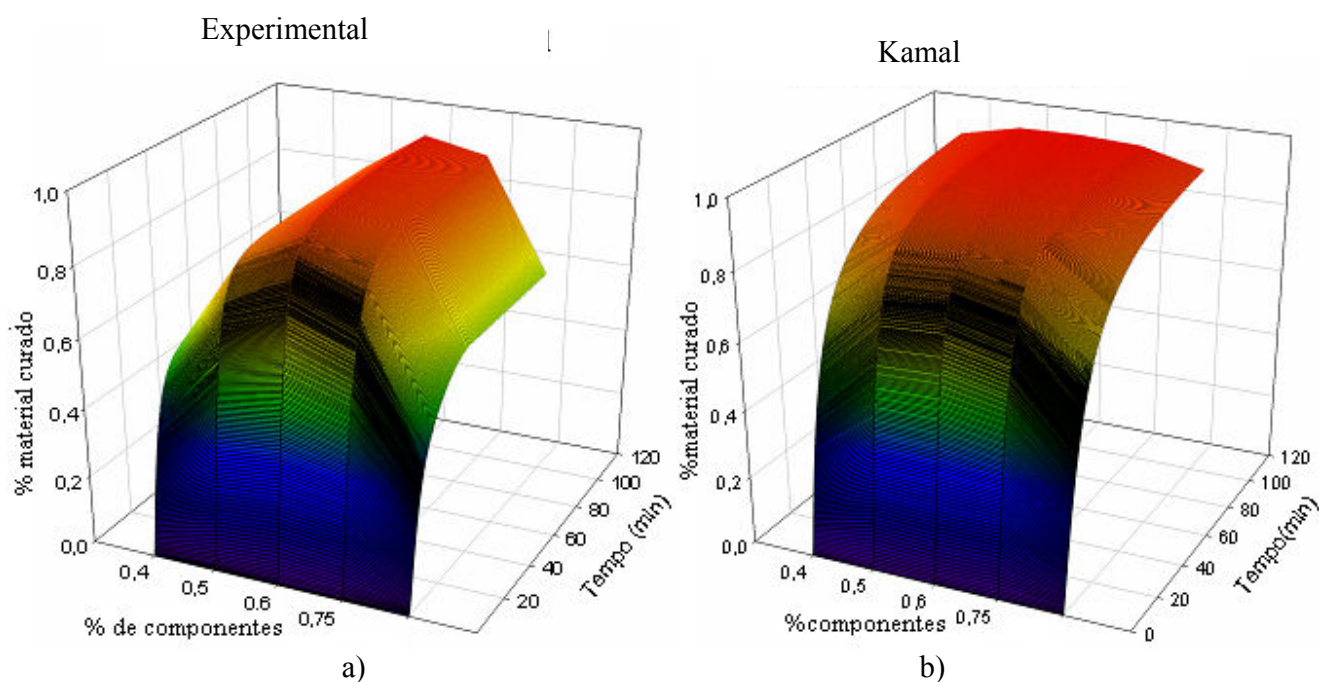




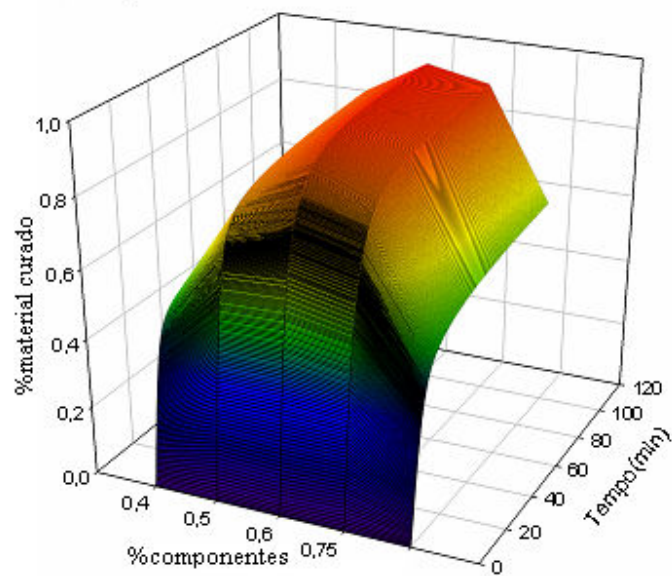
### ➤ Temperatura 150°C

Para este ensaio, o modelo cinético aproxima-se do experimental em termos de valores máximos de material curado, obtendo-se um pico de 0.9% de material curado para uma percentagem de 60% de poliol. No entanto observa-se que quer para percentagens de 50%, quer para a de 75% há uma aproximação do valor de material curado ao verificado do pico máximo. Esta aproximação não é tão acentuada quando se utiliza temperaturas de 30 e 70°C.

Comparando este ensaio com os ensaios realizados com as outras duas temperaturas, verifica-se que para temperaturas relativamente baixas a % de material curado aumenta, sofrendo uma estabilização para temperaturas elevadas.



### Modelo cinético



c)

**Figura 6-45** – a) Experimental; b) Kamal; c) modelo cinético



## 7. Conclusões

### ➤ Custos

- O molde em alumínio é mais dispendioso sendo o de resinas com grafite o mais económico
- Custo da matéria-prima para cada um dos moldes, é possível verificar que o molde em silicone é mais dispendioso, sendo os moldes feitos em poliuretano e o de resinas com grafite consideravelmente mais económicos

### ➤ Efeito do material do molde

- O aumento da condutividade térmica provoca um aumento da tensão de cedência e módulo tangente. Contrariamente diminui o índice de fractura.
- O módulo de flexão, não é influenciado pela condutividade térmica
- A elevada condutividade térmica dos moldes aumenta a rigidez, tornando a peça mais quebradiça.
- A selecção da correcta temperatura de cura é importante para obter peças moldadas com uma determinada composição.
- O aumento da temperatura resultante do uso de moldes com baixa condutividade térmica permite uma redução do tempo de ciclo, uma vez que o material cura mais rapidamente.
- Quanto maior a condutividade do molde menor é a contracção
- A acumulação de calor na cavidade quando se utilizam moldes com baixa condutividade térmica, acelera a reacção de cura aumenta as propriedades mecânicas.



- Efeito da percentagem de polioli
  - Maiores percentagens de polioli reduzem as propriedades mecânicas da peça, uma vez que origina pontos frágeis na peça
  - Excesso de polioli influencia de forma significativa os resultados, uma vez que excesso de polioli que não reage fica disperso na peça, prejudicando o comportamento mecânico à tracção
  - À medida que a percentagem de polioli aumenta a viscosidade diminui.
  - Para os moldes em poliuretano a contracção é menor quando se utiliza maiores quantidades de polioli.
- Morfologia
  - Os diferentes materiais do molde não apresentam influência significativa na microdureza
  - É possível verificar a presença de excesso de polioli que não reagiu.
- Simulação
  - A existência de linhas de soldadura não tem influência no comportamento mecânico
- Modelo
  - É possível dizer que há uma maior aproximação do novo modelo cinético ao que ocorre experimentalmente durante o fenómeno de cura. O novo modelo prevê de forma muito aproximada os fenómenos controlados pela difusão, enquanto que os modelos utilizados tradicionalmente não os contemplam.



## 8. Referências

- [1] [http://www.polyurethane.org/s\\_api/sec.asp?CID=853&DID=3487](http://www.polyurethane.org/s_api/sec.asp?CID=853&DID=3487) (acedido Maio 2007)
- [2] PHIL M. - **Investigations on the Adhesion of Polyurethane Foams on Thermoplastic Material Systems**. Merseburg, 2005. PhD Thesis
- [3] [http://www.huntsman.com/pu/eng/What's\\_PU?/What's\\_polyurethane?/index.cfm?PageID=61](http://www.huntsman.com/pu/eng/What's_PU?/What's_polyurethane?/index.cfm?PageID=61) (acedido Fevereiro 2007)
- [4] <http://www.europur.com/HTML/news/livingwithpu.htm> (acedido Fevereiro 2007)
- [5] **New forecasts for polypropylene, polystyrene and polyurethane**. Gobi International. London. 2002
- [6] W. VILAR – **Química e Tecnologia de poliuretanos**. Capítulo 1, 3<sup>a</sup> Ed., Vilar Consultoria, Rio de Janeiro, 2004
- [7] [Www.Hyperlast.com](http://www.hyperlast.com) (acedido Março 2007)
- [8] Brian LEES- **Materials Information Service**. Edited d by Stephen Harmer. (<http://www.azom.com/details.asp?ArticleID=217>) (acedido Fevereiro 2007)
- [9] Król, P.- Synthesis methods, chemical structures and phase structures of linear polyurethanes. Properties and applications of linear polyurethanes in polymer elastomers, copolymers and inomers, (2006)
- [10] R. ZEHENHOVEN- **Treatment and disposal of polyurethane wastes: options for recovery and recycling**. Department of mechanical engineering, university of Helsinki, Energy Engineering and Environmental Protection Publications, Espoo, 2004.
- [11] <http://www.specialchem4polymers.com/sf/ciba/index.aspx?id=elastomers> (acedido Fevereiro 2007)
- [12] NICK DUGGAN- **Automotive applications of polyurethanes**. Huntsman Polyurethanes Automotive. *Everberg, Belgium*.
- [13] Prisacariu C. - Thermal Behaviour of Selected Polyurethane Elastomers with Diol Chain Extension. The Romanian Academy's Institute of Macromolecular Chemistry Petru Poni. *Romania*.
- [14] STANFORD, J.L., R.H. STILL, and A.N. WILKINSON - **Effects of soft-segment prepolymer functionality on structure property relations in RIM copolyurethanes**. Polymer, 2003.44(14):p.3985-3994.
- [15] 1, 4-Butanediol Storage and Handling, BASF Corporation, Chemicals Division <http://www.basf.com/diols/bcdiolsbrochures.html>



- [16] S. LI, R. VATANPARAST and H.LEMMETYINEN: **Cross-linking Kinetics and Swelling Behaviour of Aliphatic Polyurethane**, Polymer 41 (2000) 5571.
- [17] CHIOU B., SCHOEN P. - **Effect of crosslinking on thermal and mechanical properties of polyurethane**. Journal Applied Polymer Science, 2002.83(1): p.212-223.
- [18] J. Changdo –**Synthesis of thermoplastic polyurethanes and polyurethane nanocomposites under chaotic mixing conditions**. PhD Thesis. University of Akron, 2005.
- [19] BLENOWE A., et al. - **Alternative syntheses of linear polyurethanes using masked isocyanate monomers**. Reactive and functional Polymers, 2006. 66(11):p.1284-1295.
- [20] DESAI S., et al- **Effect of polyols and diisocyanates on thermo-mechanical and morphological properties of polyurethanes**. European Polymer Journal,2000.36(4): p.711-725.
- [21] E A SHEARD, S A JONES, K W SCOTT and B G WILLOUGHBYilloughby, “**Cure Mapping with the Scanning VNC**. Presented at the 156th Meeting, ACS Rubber Division, Cincinnati, OH, October 17-20, 2000.
- [22] CHATTOPADHYAY D.K., B.SREEDHAR,and K.V.S.N.RAJU- **The phase mixing studies on moisture cured polyurethane-ureas during cure**. Polymer. 2006. 47(11): p.3814-3825.
- [23] Strong A. – **Controlling polyester curing-a simple view**. Brigham Young University. (ano)
- [24] LIPSHITZ S., MACOSKO C. - Kinetics and energetics of a fast polyurethane cure- Journal of Applied Polymer Science, 1977.21(8):p.2029-2039.
- [25] P. MARTINHO – **Reaction Injection Moulding Process**. MSc Thesis. Universidade do Minho, Guimarães, 2002.
- [26] A. YOUSEFI, P. G. LAFLEUR, R. GAUVIN - **Kinetic studies of thermoset cure reactions: a review**. Polymer composites, 1997. 18(2):p.157-168
- [27] RODRIGUES,J.M.E.,rt al- **DSC monitoring of the cure kinetics of castor oil-based polyurethane**. Thermochimica Acta, 2005.427 (1-2): p.31-36.
- [28] MICHAUD D.J., BERIS A.N., DHURJATI P.S. - **Curing Behavior of Thick-Sectioned RTM Composites**. Journal of Composite Materials, 1998.32(14): P.1273-1296.
- [29] The Role of NSF's Support of Engineering in Enabling Technological Innovation. II.Reaction injection molding. **SRI International, Washington, 1997.**  
<http://www.sri.com/policy/csted/reports/sandt/techin/rim1.html>
- [30] <http://www.exothermic.com/technology.htm>
- [31] **Reaction Injection Moulding (RIM)**. Creative Urethanes, Inc., Winchester.  
<http://www.creativeurethanes.com/reactioninjectionmoldingrim.html>
- [32] M. SHORTT- Reaction Injection Moulding for Prototypes and Short Runs.<http://www.jobshop.com/techinfo/papers/reactioninjectionmoldingA.shtml> (acedido Março 2007)
- [33] Oliver D.- **COMPARISON OF ALUMINUM, WOOD, AND EPOXY AS THERMOFORMING MOLD MATERIAL** –paper n° 1055



- [34] <http://www.rimmfg.com> (acedido Maio 2007)
- [35] O'BRIEN D. - **Reaction Injection Moulding for Premium Polyurethane Parts**. *Armstrong Mould Corporation, USA*. <http://www.armstrongmold.com/pages/rimarticle.html>
- [36] Richardson M.- **Advanced Polymer and Composites**, Unit 5. Fabrication Techniques, Reading 6.1: Perform for RTM, Reading 6.2: Mould Design in RTM
- [37] **RIM Part and Mold Design, a design guide**. Bayer Corporation, polyurethanes division. Pittsburgh, 1995. <http://www.rimmfg.com/RIM%20Design%20Guide%20by%20Bayer.pdf>
- [38] Vasconcelos P., F. Jorge Lino, Rui J. Neto – **O Fabrico Rápido de Ferramentas ao Serviço da Engenharia Concorrente**. Tecnometal, 2001. 136, pp. 17-21.
- [39] Y. Myers and J. Norton, "**Rapid Manufacturing with Rapid Tooling**", Prototyping Technology International 98, pp. 30-34 (1998).
- [40] Fernando Jorge Lino Alves, Fernando Jorge Sousa Braga, Manuel São Simão, Rui Jorge de Lemos Neto, e Teresa Margarida Guerra Pereira Duarte, "**PROTOCLICK – Protótipagem Rápida**", Fevereiro (2001).
- [41] Terry T. Wohlers, **Rapid Prototyping & Tooling – State of the Industry**, 1999 Worldwide Progress Report, (1999).
- [42] D. T. Pham, S. Dimov, and F. Lacan., "**Firm Tooling, Bridging the Gap Between Hard and Soft Tooling**", Prototyping Technology International 98, pp. 196-203 (1998).
- [43] N. P. Karapatis, "Direct **Rapid Tooling: a Review of Current Research**", Rapid Prototyping Journal, Vol.4, nº2, pp. 77-89 (1998).
- [44] J. L. Nevins e D. E. Whitney, **Concurrent Design of Products and Processes**, McGraw- Hill Publ. Co, NY, (1989).
- [45] Wong, Martin- **Introduction to rapid Tooling**. 1998
- [46] Campell R, Balci Nicolae- **From Cad and RP to Innovative manufacturing**, *Technical University of Cluj-Napoca (RO)*.
- [47] G. Woods, **The ICI Polyurethanes Book**, John Wiley & Sons, LTD, United Kingdom, 1990
- [48] M. R. Kamal and M. E. Ryan, in, **Fundamentals of computer modelling for polymer processing**, Edited by C. L. Tucker, Hanser, Munich, 1989.
- [49] M.S. Koo, K. Chung, J.R. Youn, "**Reaction injection moulding of polyurethane foam for improved thermal insulation**", *Polymer Engineering and Science*, 2001, Vol. 41, 1177-1183
- [50] P.K. Mallick, S. Newman, **Composite Materials Technology - processes and properties**, Hanser publishers, New York, 1990
- [51] Prime, R.B. *in Thermal characterization of polymeric materials*, Vol. 2, Edited by E.A. Turi, Academic Press, London. (1997).





## 9. ANEXOS

### Anexo 1 – Tecnologias Protótipagem

Tecnologias RT Indirectas		
Designação	Fases	Vantagens e Limitações
Borracha de Silicone RTV ou Moldação por vácuo- VCM	1 - Modelo-padrão RP da peça 2 - Molde em borracha de silicone 3 - Cura	- Durabilidade baixa - Não necessita de saídas ou apartação - Rapidez elevada - Facilidade de desmoldação - Precisão e acabamento elevados - Baixo custo - Séries pequenas - Materiais diferentes
Ferramentas em Resinas Carregadas	1 - Modelo-padrão RP da peça 2 - Vazamento da resina sobre o modelo a fim de obter a ferramenta 3- Desgasificação e cura	- Durabilidade média - Preço e rapidez médios - Precisão e acabamento médios - Necessidade de insertos - Peças de baixa e média complexidade - Ciclos longos - Baixas temperaturas e pressões de injeção
Vazamento de pós metálicos (3D Keltool, Dynamic Tooling, Ecotool e RPBPS)	1 - Modelo-padrão RP da peça 2- Ferramenta obtida por vazamento de pós metálicos e ligante 3- Compactação, cura e infiltração de cobre, bronze ou resinas (o processo 3D Keltool parte de um modelo RTV criado sobre o negativo da peça e obtido por RP)	- Durabilidade elevada - Processo metalúrgico complexo e sujeito a licenciamento. - Precisão e acabamento médios - Dificuldade de desmoldação
Vazamento metálico em modelos perdidos (conversão directa e indirecta)	1 – Modelo RP da ferramenta em cera, poliestireno, fotopolímero (quickcast), etc. 2 – Carapaça cerâmica ou moldação maciça 3 – Sinterização do cerâmico 4 - Ferramenta metálica obtida por vazamento	- Durabilidade muito elevada - Precisão e acabamento elevados - Qualquer tipo de material - Peças complexas - Rapidez média - Defeitos de fundidos
Electrodeposição (Cemcom)	1 - Modelo-padrão RP ou modelo maquinado (grafite) da peça 2 – Ferramenta (carapaça) obtida por electrodeposição em níquel ou cobre 3 – Enchimento com ligas metálicas de baixo ponto de fusão, cerâmicos CBC e em resinas carregadas	- Durabilidade elevada - Peças com linhas de apartação complexas - Precisão e acabamento elevados - Rapidez média - Dificuldade de obter peças com geometrias profundas e estreitas - Ciclos mais longos
Vazamento metálico sobre moldação em gesso ou cerâmicos	1 - Modelo-padrão RP da ferramenta 2- Negativo da ferramenta em material cerâmico 3- Sinterização do cerâmico 4- Ferramenta metálica obtida por vazamento	- Durabilidade muito elevada - Precisão e acabamento médio/elevado - Peças grandes - Elevadas contracções - O gesso é mais económico, mas só permite ligas de baixo ponto de fusão
Vazamento metálico sobre moldação em areia croning (PDC – EOS)	1 – Modelo do negativo da ferramenta em areia (carapaça) obtido por SLS 2 - Ferramenta metálica obtida por vazamento	- Durabilidade muito elevada - Rapidez elevada - Precisão e acabamento baixos - Necessita de maquinaria

### Tecnologias RT Directas

Designação	Fases	Vantagens e Limitações
Direct AIM tooling (3D Systems)	Ferramenta em casca ou maciça realizada por estereolitografia, seguida ou não por enchimento com material de reforço (ex. resina carregada)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Durabilidade baixa</li> <li>- Rapidez elevada</li> <li>- Geometrias simples</li> <li>- Necessidade de insertos</li> <li>- Preço médio</li> </ul>
SLS- Selective Laser Sintering RapidTool (DTM)	1- Ferramenta realizada por laser que aglutina o pó de aço revestido por ligante. 2-Remoção do ligante e infiltração de bronze num forno. (ferramentas em metais, plásticos e areias de fundição)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Durabilidade elevada</li> <li>- Peças pequenas</li> <li>- Processo lento</li> <li>- Rugosidade elevada</li> <li>- Necessidade de polimento</li> </ul>
DMLS - Direct Metal Laser Sintering (EOS)	Ferramenta realizada por laser que sinteriza o metal em pó em fase líquida (directamente). Versões para o fabrico de ferramentas em metal, termoplástico e areia de fundição	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Durabilidade elevada</li> <li>- Peças pequenas</li> <li>- Processo mais rápido que o anterior</li> <li>- Rugosidade elevada</li> <li>- Necessidade de polimento</li> </ul>
Impressão 3D - DSPC (ProMetal/ MIT)	1- Ferramenta realizada por uma cabeça de impressão electrostática que faz depositar spray de ligante líquido sobre o metal em pó. 2-Remoção do ligante e infiltração de um metal secundário num forno	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Durabilidade elevada</li> <li>- Processo económico</li> <li>- Mau acabamento</li> <li>- Grande variedade de materiais processáveis: metais, termoplásticos e cerâmicos</li> </ul>
Geração por Laser (LENS, DMD)	Ferramenta realizada por injeção de pó metálico num foco de metal fundido no qual incide um feixe de laser numa câmara com argon a baixa pressão. aços inoxidáveis, aços de ferramentas e ligas de alta resistência (ex. ligas de titânio)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Durabilidade elevada</li> <li>- Propriedades mecânicas elevadas</li> <li>- Potencial aplicação em materiais FGM (Functionally Graded Materials)</li> <li>- Adequado para reparações e enchimentos</li> <li>- Necessidade de elevadas sobreespessuras</li> <li>- Necessidade de maquinagem</li> </ul>
Laminação com chapas metálicas (LLCC, Stratoconception)	1- Ferramenta realizada por um feixe de laser que recorta chapas de aço. 2- Ligação das chapas Investiga-se o ângulo de corte para reduzir a mecanização posterior.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Durabilidade elevada</li> <li>- Moldes e ferramentas de grandes dimensões</li> <li>- Formas apenas aproximadas</li> <li>- Dificuldade de ligação dos laminados</li> <li>- Moroso e complexo.</li> <li>- Necessidade de maquinagem</li> </ul>

## Anexo A2-Materiais

### A1.1- RIM 876/900

INJECTION URETHANE LOW PRESSURE  
FLEXURAL MODULUS 2.000 MPa - Tg 100°C

#### APPLICATIONS

Production of parts having mechanical properties close to those of thermoplastics such as polystyrene or A.B.S, in prototype and small and medium scale series. Car industry : interior trim, element of instrument panels etc. Electronics, Furniture, household appliances: boxing, casings, etc.

#### PROPERTIES

- ☐ Good temperature resistance
- ☐ High shock resistance
- ☐ Very easy processing
- ☐ Good ability for bonding and painting

PHYSICAL PROPERTIES				
		PART A RIM 876	PART B RIM 900	MIXING
Composition		POLYOL	ISOCYANATE	
Mix ratio by weight		100	100	
Mix ratio by volume at 25°C		100	86	
Aspect		Liquid	Liquid	Liquid
Colour	RIM 876 BE RIM 876 NR	off-white black	dark amber	brown-beige black
viscosity at 25°C (mPa.s)	BROOKFIELD LVT	2,000	1,500	-
Specific gravity at 25°C	ISO 1675 :1985	1.05	1.22	-
Specific gravity of the cured product at 23°C	ISO 2781 :1988	-	-	1.12
Pot life at 25°C on 100g (s)	-			60 - 70

#### PROCESSING CONDITIONS

Used with a 2-component low pressure injection machine fitted out preferably with an agitator in the polyol tank (part A). Before each use of polyol check there is no crystallization (see Storage §) and plasticate until a homogenous color is obtained. The two parts (polyol and isocyanate) must be mixed at a temperature higher than 18°C according to the mix ratio indicated on the technical data sheet.

Before casting check the 851 demoulding agent is applied to moulds free of any trace of moisture (demoulding agent specified for a low pressure injection to 80°C). For further information please see the AXSON's technical data sheet about RELEASE AGENTS.

The optimum properties of the material are obtained after a 4 hours post-curing at 80°C

**Caution :** according to the geometry of the part, it may be necessary to use a conformer when post-curing. A quicker demoulding is made possible by the use of a tool heated to a temperature close to 40°C.

#### REMARKS

The ADEKIT A 310 adhesive of the Axson's range is particularly recommended for bonding this resin to itself or with different materials such as thermoplastics, steel, etc. To repair surfaces to be painted or bonded degrease parts with an alcohol or acetone liquid soap. A polyurethane paint is advised

MECHANICAL PROPERTIES AT 23°C (1)			
Flexural modulus of elasticity ( $E_f$ )	ISO 178 :2001	MPa	2,000
Tensile strength	ISO 527-2 :1993	MPa	50
Elongation at break	ISO 527-2 :1993	%	10
CHARPY shock resistance ( $a_{CU}$ ) (Non cut specimens)	ISO 179/1eU :1993	kJ/m <sup>2</sup>	40
Hardness	ISO 868 :2003	Shore D1 / D15	80

THERMAL AND SPECIFIC PROPERTIES (1)			
Using temperature	-	°C	-20 / +90
Glass temperature transition	ISO 11359-2 :1999	°C	100
Coefficient of thermal expansion ( $C_{LTE}$ ) [0, 90]°C	ISO 11359-2 :1999	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	120
Demoulding time at 23°C	-	min.	15
Maximal casting thickness	-	mm	10
Linear shrinkage on parts at 23°C : - thickness 2 to 3 mm - thickness 4 to 5 mm	-	mm/m	4 - 6 6 - 8

(1) : Average values obtained on standardized specimens, casting in moulds at 23°C / Hardening 4 hours at 80°C.

## CONSERVATION – STORAGE

Shelf life is 12 months in a dry place and in original unopened containers at a temperature between 15 and 25°C.

Any open can must be tightly closed under dry nitrogen blanket.

The polyol, at low temperature may crystallize (evidence : non homogeneous liquid part). It is advised to heat the product at 40°C until a homogeneous liquid product is obtained.

## PRECAUTIONS

Normal health and safety precautions should be observed when handling these products:

- . ensure good ventilation
- . wear gloves and safety glasses

For further information, please consult the product safety data sheet.

## PACKAGING

*POLYOL (Part A) ISOCYANATE (Part B)*

1 x 18 kg 1 x 18 kg

## GUARANTEE

The information contained in this technical data sheet result from research and tests conducted in our Laboratories under precise conditions. It is the responsibility of the user to determine the suitability of AXSON products, under their own conditions before commencing with the proposed application. AXSON guarantee the conformity of their products with their specifications but cannot guarantee the compatibility of a product with any particular application. AXSON disclaim all responsibility for damage from any incident which results from the use of these products. The responsibility of AXSON is strictly limited to reimbursement or replacement of products which do not comply with the published specifications

---

### **A1.1.1 - Material safety data sheet (876)**

**1- COMMERCIAL NAME :** RIM 876 PART A

**2- COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS :**

Formulated polyether polyols

**3- HAZARDS IDENTIFICATION :**

- Slightly irritating to eyes.

**4- FIRST AID MEASURES :**

- Change any soiled clothing immediately.

- *In case of eye contact* : open eyelids as far as possible and flush with large quantities of water for at least 15 minutes. Call a physician, preferably an eye specialist.

- *In case of skin contact* : physically remove the product and wash skin thoroughly with soap and water.

- *In case of swallowing* : Medical advice should be obtained if ingestion has occurred.

- *In case of inhalation* : remove the patient from the contaminated area. Call a physician if aftereffects occur.

**5- FIRE-FIGHTING MEASURES :**

**5-1 Fire-extinguisher types :**

- Use : chemical foam, CO<sub>2</sub>, powder. Where the fire is of major proportions, water spray may also be used.

**5-2 Specific fire and explosion risks :**

- Burns when subjected to heat. May generate air/vapour mix which is flammable/explosive; the vapour is heavier than air.

- Incomplete combustion or pyrolysis mainly produces oxides of carbon and water.

**5-3 specific protective measures during firefighting :**

Firefighting personnel should be equipped with insulated, autonomous respiratory protection equipment.

**6- ACCIDENTAL RELEASE MEASURES :**

**6-1 Individual protection :**

Wearing of suitable protective clothing and protective equipment for face/eyes

**6-2 Environmental protection :** Please see § 12

**6-3 Decontamination procedures :**

- Contain spilt material in order to avoid its transfer to sewers or rivers and streams.

- Physically remove the material.

- Cover material with sand, earth or any other similar absorbent material in order to soak product up. The resulting mix may then be shovelled into cans and removed for disposal (Please see § 13).

## **7- HANDLING AND STORAGE :**

### **7-1 Handling :**

- Inform personnel of risks associated with the product, the precautions to be taken and procedures to follow where an accident occurs.
- Observe personal hygiene rules to avoid contact with eyes and skin.
- Avoid inhaling vapours produced by the material when heated.
- Install showers and eye baths ("fountain" type).
- Wash hands thoroughly at beginning of every work break and at the end of the working day.
- Work stations and the general working area must be kept perfectly clean.

### **7-2 Storage :**

- Keep the material hermetically sealed in its original packaging, protected from humidity and at a temperature between 15 and 25°C in a well-ventilated storage facility.
- Ensure that the floor of the storage area is impermeable and concave in profile in order to provide effective containment.
- Reproduce labelling on all new packs where original packaging is divided.

## **8- EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION :**

### **8-1 Exposure controls :**

Not concerning.

### **8-2 Personal protection :**

- respiratory protection : NO
- gloves : YES (rubber)
- eye protection : YES

Do not mix work clothing and normal clothing. Wash hands thoroughly at beginning of every work break and at the end of the working day.

## **9- PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES :**

Physical state : liquid

Colour : several colour available

Odour :

pH : NA

Flash point (PERKINS-MARTENS) : > 110 °C

Specific gravity : 1050 kg/m<sup>3</sup> approx.

Solubility : - in water : at 20°C : low

- in solvents : YES (soluble in many organic solvents : benzene hydrocarbons and chlorinated hydrocarbons, acetone, phthalates, ...)

## **10- STABILITY AND REACTIVITY**

### **10-1 Dangerous decomposition by-products :**

These are non-existent if storage and handling rules are followed (please see also § 5-2).

### **10-2 Hazardous reactions with :**

This material may give to violent reactions with strong oxidants.

---

**11- TOXICOLOGICAL INFORMATION :**

*Effects on eyes* : may cause slight temporary irritation.

*Effects on skin* : repeated or prolonged single exposure may cause irritation to the skin. May cause a cutaneous allergic reaction in predisposed individuals. It appears unlikely that any danger is attached to absorption of quantities of the product through the skin following prolonged single exposure.

*Effects of inhalation* : No foreseeable harmful effects.

*Effects on ingestion* : low toxicity for a single oral dose.

**12- ECOLOGICAL INFORMATION :**

Based on data for one or more similar products :

*Ecotoxicity* : this product is practically without toxic effect on fish in static acute conditions.

*Biodegradability* : the product's biodegradability is low in static aerobic laboratory conditions.

**13- DISPOSAL CONSIDERATIONS**

Dispose of the product by burning in a suitable incinerator or bury in an approved landfill following all applicable local and/or national regulations.

Empty containers may not be disposed of unless any remaining material adhering to the internal walls has been removed.

**14- TRANSPORT INFORMATION :**

Not covered by official regulations.

**15- REGULATORY INFORMATION :**

Labelling : EEC-Directive No 67/548/CEE

Not covered

Please refer to any other national measures or regulations that may be relevant to the product.

**16- OTHER INFORMATION :****REVEALING MODIFICATION :**

Revised : 28-02-97 Supersedes sheet :

This sheet provides a complement to the product use instructions but does not replace them. The information it contains is based on our current knowledge of the product concerned at the date of drafting. That information is given in good faith and does not in any circumstances remove from the user his duty to be aware of and to follow all legal regulations and statutes covering his activities. The user takes sole responsibility for application

of safety measures covering the use of the product he is aware of. We also draw the user's attention to the risks attached to any use of the product for applications for which it was not designed. 08/95

## A1.1.2 - Material Safety Data Sheet (900)

### 1- Identification of the substance/preparation and of the company/undertaking

· **Product details**

· **Trade name:** RIM 900 PART B

· **Manufacturer/Supplier:**

AXSON FRANCE

Rue de l'Equerre

F-95310 SAINT OUEN L'AUMONE

Tél.(33-1)34 40 34 60

· **Further information obtainable from:** LAB. R&D -(33) 01 34 40 34 60

· **Information in case of emergency:** ORFILA : (33)01 45 42 59 59

### 2- Composition/information on ingredients

· **Chemical characterization**

· **Description:** Mixture of substances listed below with nonhazardous additions.

· **Dangerous components:**

· Dangerous components:		
9016-87-9	diphenylmethanediisocyanate, isomeres and homologues Xn; R 20-36/37/38-42/43	50-100%

### 3- Hazards identification

· **Hazard description:**



Xn Harmful

· **Information concerning particular hazards for human and environment:**

R 20 Harmful by inhalation.

R 36/37/38 Irritating to eyes, respiratory system and skin.

R 42/43 May cause sensitization by inhalation and skin contact.

Contains isocyanates. See information supplied by the manufacturer

### 4- First-aid measures

· **General information:**

Immediately remove any clothing soiled by the product.

Symptoms of poisoning may even occur after several hours; therefore medical observation for at least 48 hours after the accident.

· **After inhalation:**

Supply fresh air. If required, provide artificial respiration. Keep patient warm. Consult doctor if

symptoms persist.

Where massive quantities of product have been inhaled in aerosol or concentrated vapour forms:

remove patient from affected area. transfer to hospital (to an intensive care unit if necessary) by



medically equipped ambulance. While awaiting the arrival of medical help, assist the patient's

breathing if this is indicated. Clinical and radiographic monitoring will be required over a prolonged period, since delayed pulmonary oedema may occur.

· **After skin contact:** Immediately wash with water and soap and rinse thoroughly.

· **After eye contact:**

Rinse opened eye for several minutes under running water. Then consult a doctor.

**Trade name: RIM 900 PART B**

· **After swallowing:** Do not induce vomiting; call for medical help immediately.

## 5 Fire-fighting measures

· **Suitable extinguishing agents:**

Carbon dioxide

Fire-extinguishing powder

Foam

· **For safety reasons unsuitable extinguishing agents:** Water

· **Special hazards caused by the substance, its products of combustion or resulting gases:**

In case of fire, the following can be released:

Nitrogen oxides (NO<sub>x</sub>), Carbon monoxide (CO), Hydrogen cyanide (HCN), (Traces)

· **Protective equipment:** Wear self-contained respiratory protective device.

· **Additional information**

Dispose of fire debris and contaminated fire fighting water in accordance with official regulations.

## 6 Accidental release measures

· **Person-related safety precautions:** Wear protective equipment. Keep unprotected persons away.

· **Measures for environmental protection:**

Prevent seepage into sewage system, workpits and cellars.

· **Measures for cleaning/collecting:**

Absorb with liquid-binding material (sand, diatomite, acid binders, universal binders, sawdust).

After approximately one hour, transfer to suitable drum containers. Do not close these (likelihood of CO<sub>2</sub> production). Cover tops only.

Leave open to air in a supervised area for 7 to 14 days before transferring to an authorized dumping site.

## 7 Handling and storage

· **Handling:**

· **Information for safe handling:**

Ensure good ventilation/exhaustion at the workplace.

Inform personnel of risks associated with the product, the precautions to be taken and procedures to follow where an accident occurs.

Avoid exposure to the material of persons having suffered from chronic respiratory affections

(especially asthmatic and bronchitic persons) and those having an isocyanate allergy.

- **Information about fire - and explosion protection:** Protect from heat.
- **Storage:**
- **Requirements to be met by storerooms and receptacles:** Prevent any seepage into the ground.
- **Information about storage in one common storage facility:** Store away from foodstuffs.
- **Further information about storage conditions:**  
Keep receptacle tightly sealed.  
Protect from humidity and water.
- **Storage class:**
- **Class according to regulation on flammable liquids:** Void

## 8 - Exposure controls/personal protection

- **Additional information about design of technical facilities:** No further data; see item 7.
- **Ingredients with limit values that require monitoring at the workplace:**  
**9016-87-9 diphenylmethanediisocyanate, isomers and homologues**  
MEL Short-term value: 0.07 mg/m<sup>3</sup>  
Long-term value: 0.02 mg/m<sup>3</sup>  
Sen; as -NCO
- **Additional information:** The lists valid during the making were used as basis.
- **Personal protective equipment:**
- **General protective and hygienic measures:**  
The usual precautionary measures are to be adhered to when handling chemicals.  
Immediately remove all soiled and contaminated clothing  
Wash hands before breaks and at the end of work.  
Avoid contact with the eyes and skin.
- **Respiratory protection:**  
Use suitable respiratory protective device in case of insufficient ventilation.  
Fresh air mask  
Short term filter device:  
Filter A/P2
- **Protection of hands:**



Protective gloves

Neoprene gloves

- **Eye protection:**



Safety glasses

Tightly sealed goggles

- **Body protection:** Protective work clothing

## 9 - Physical and chemical properties

- **Form:** Fluid
- **Colour:** Amber coloured
- **Odour:** Characteristic

---

· **Change in condition**

**Melting point/Melting range:** NA

**Boiling point/Boiling range:** NA

· **Flash point:** > 200°C (P. Martens)

· **Ignition temperature:** >500°C (DIN 51 794)

· **Self-igniting:** Product is not selfigniting.

· **Danger of explosion:** Product does not present an explosion hazard.

· **Density at 20°C:** 1.22 g/cm<sup>3</sup>

· **Solubility in / Miscibility with**

**water:** Insoluble.

· **organic solvents:** Soluble in many organic solvents.

· **pH-value at 20°C:** N

**10-Stability and reactivity**

· **Thermal decomposition / conditions to be avoided:**

No decomposition if used according to specifications.

· **Dangerous reactions**

Violent reactions with -NHx, -OH and -SH- groups.

In the presence of water or humidity gas is produced (CO<sub>2</sub>) and/or uncontrolled polymerization, possibly leading to internal pressure rises and consequent risk of container breach.

· **Dangerous decomposition products:** Carbon monoxide and carbon dioxide

**11-Toxicological information**

· **Acute toxicity:**

· **LD/LC50 values relevant for classification:**

**9016-87-9 diphenylmethanediisocyanate, isomeres and homologues**

Oral LD50 >10000 mg/kg (rat)

>5000 mg/kg (rabbit)

Inhalative LC50/4 h 490 mg/l (rat)

· **Primary irritant effect:**

· **on the skin:** Irritant to skin and mucous membranes.

· **on the eye:** Irritating effect.

· **Sensitization:**

Sensitization possible through inhalation.

Sensitization possible through skin contact.

**12 -Ecological information**

· **Information about elimination (persistence and degradability):**

· **Other information:**

This product is not miscible in water. It acts on water, producing CO<sub>2</sub> and polyurea (a solid, nonfusible and insoluble compound) which is, to the best of our knowledge, inert and nonbiodegradable.

This reaction is promoted by the presence of surfactants such as liquide soap, or water-soluble solvents. Do not dispose of this product or the neutralization products in sewers, rivers or streams.

### 13- Disposal considerations

- **Product:**

- **Recommendation**

*Must not be disposed together with household garbage. Do not allow product to reach sewage system.*

*Dispose of the product by burning in a suitable incinerator or bury in an approved landfill*

*following all applicable local and/or national regulations.*

- **European waste catalogue**

*08 05 01 waste isocyanates*

- **Uncleaned packaging:**

- **Recommendation:**

*Empty containers may not be disposed of unless any remaining material adhering to the internal walls has been removed.*

*Disposal must be made according to official regulations.*

### 14- Transport information

- **Land transport ADR/RID (cross-border)**

- **ADR/RID class:** -

- **Maritime transport IMDG:**

- **IMDG Class:** -

- **Air transport ICAO-TI and IATA-DGR:**

- **ICAO/IATA Class:** -

· **Transport/Additional information:** *Not dangerous according to the above specifications.*

### 15-Regulatory information

- **Labelling according to EU guidelines:**

*The product has been marked in accordance with EU Directives / respective national laws.*

- **Code letter and hazard designation of product:**

*Xn Harmful*

- **Hazard-determining components of labelling:**

*diphenylmethanediisocyanate, isomers and homologues*

- **Risk phrases:**

*20 Harmful by inhalation.*

*36/37/38 Irritating to eyes, respiratory system and skin.*

*42/43 May cause sensitization by inhalation and skin contact.*

- **Safety phrases:**

*23 Do not breathe gas/fumes/vapour/spray.*

*24 Avoid contact with skin.*

*37 Wear suitable gloves.*

*45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).*

*60 This material and its container must be disposed of as hazardous waste.*

· **Special labelling of certain preparations:**

*Contains isocyanates. See information supplied by the manufacturer*

· **National regulations:**

· **Classification according to VbF:** Void

· **Waterhazard class:** Water hazard class 1 (Self-assessment): slightly hazardous for water.

### 16- Other information

*This information is based on our present knowledge. However, this shall not constitute a guarantee for any specific product features and shall not establish a legally valid contractual relationship.*

· **Department issuing MSDS:** Product Safety and Toxicology

## A1.2 – PROLAB 65

PLACA USINÁVEL DE POLIURETANO

MODELOS, MAQUETES

Densidade : 0,65 – Dureza Shore D : 63

### APLICAÇÕES

*Realização de modelos, maquetas e trajeto de utensílios.*

### CARACTERÍSTICAS

*Grande facilidade de mecanizado manual e mecânico*

*Formação de aparas*

*Boa estabilidade dimensional*

*Corte Fácil*

PROPIEDADES FISICAS (1)		
Cor		Marron
Densidade	ISO 2781-88	0,65

PROPIEDADES MECANICAS E TERMICAS (1)			
Dureza	ISO 868-85	Shore D1	63
Coeficiente de dilatação térmica linear (CTE) [+10, +60]°C	T.M.A. METTLER	10 <sup>-6</sup> m/m.K	75
Temperatura de transição vítrea (TMA)	T.M.A. METTLER	°C	85
Resistência à rotura a flexão	ISO 178-93	MPa	34
Modulo de elasticidade a flexão	ISO 178-93	MPa	1.000
Resistência à compressão no limite de fluência	ISO 604-93	MPa	28
Resistencia ao choque CHARPY	ISO 179/1D-94	kJ/m <sup>2</sup>	11

(1) Valores médios obtidos com placas

## UNIAO

As placas podem ser ensabladas com ajuda do adesivo PROCOL 2 e reparadas com o A77/P conservando as propriedades do material.

## PRECAUÇÕES NA UTILIZAÇÃO

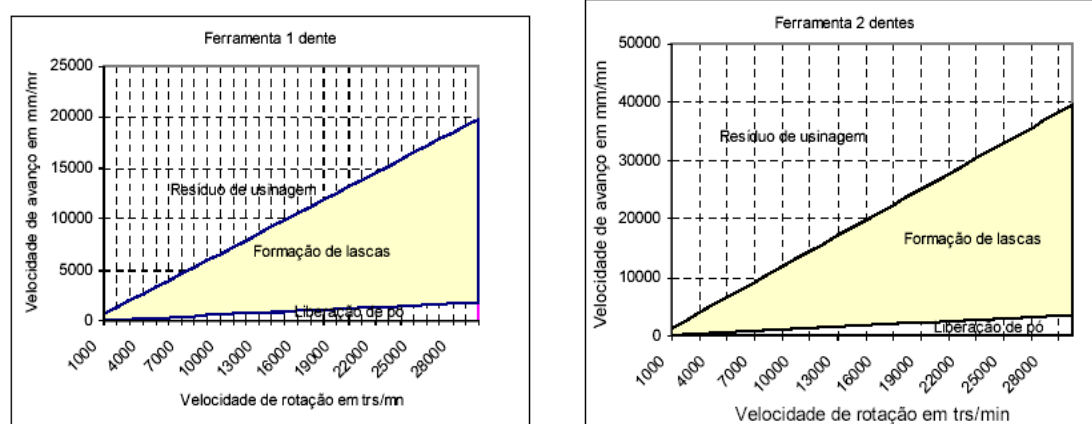
É indispensável, durante a manipulação, levar em consideração as medidas de higiene de trabalho apropriadas :

- aspiração
- não fumar durante o mecanizado
- usar luvas e óculos

Para maior informação, consulte a ficha de PROLAB 65

## PARÂMETROS DE USINAGEM

Parâmetros definidos com utensílios de ângulo de corte e um ângulo de saída positivos



PARÂMETROS DE USINAGEM <sup>(1)</sup>		
	Velocidade de corte (Vc em m/min)	Avanço por volta para 1 dente (fz em mm/vl)
Esboço	100 - 150	0,15 – 0,70
Acabamento	400 - 800	0,07 – 0,10

## ARMAZENAGEM

As placas devem ser armazenadas em um lugar seco e com temperatura média.

## DIMENSOES

□ 850 x 500 x 30 mm    □ 1.550 x 500 x 50 mm    □ 1.550 x 500 x 75 mm    □ 1.550 x 500 x 100 mm

## GARANTIA

As informações contidas na presente ficha técnica são o resultado de investigações e testes realizados em nossos laboratórios em condições precisas. É conveniente que cada usuário proceda à ensaios completos sob sua responsabilidade com o objetivo de determinar a adequação e a segurança dos produtos AXSON para a aplicação desejada. AXSON garante a conformidade de seus produtos com suas especificações e recusa claramente toda garantia referente à compatibilidade de um produto com uma aplicação qualquer AXSON rejeita terminantemente toda a responsabilidade no caso de danos ou incidentes que poderiam causar a utilização dos seus produtos. responsabilidade de AXSON está unicamente limitada ao reembolso ou à devolução de qualquer produto que não corresponda às especificações indicadas.

## A1.2.1 Ficha de segurança

Segundo 91/155/CEE

### 1-Identificação da substancia / preparação e da sociedade/ empresa

· **Indicação para o produto**

· **Nome comercial:** **PROLAB 65**

· **Fabricante/fornecedor:**

AXSON BRASIL

Rua Zelia 414 - Bairro Assunção

Sao Bernado do Campo

BR-09861-710 SAO PAULO

Tel.(55-11)11.4109.6445

· **Espaço de informação:** LAB. R&D - (33)01 34 40 34 60

· **Informação em caso de necessidade:** ORFILA : (33)01 45 42 59 59

### 2- Composição /informação sobre os componentes

· **Caracterização química**

· **Descrição:** resina de poliuretano curada e inerte

· **Ingredientes perigosos:** Nenhum

### 3- Identificação dos perigos

· **Designação dos riscos:** Não há.

· **Avisos especiais sobre os perigos para o homem e o ambiente :** Não há.

### 4- Primeiros socorros

· **Avisos gerais:** Vestidos contaminados com substâncias perigosas, afastar sem demora.

· **Depois da inalação:** Entrada de ar fresco, em caso de queixas consultar o médico.

· **Depois do contacto com a pele:** Em geral o produto não é excitante para a pele.

· **Depois do contacto com os olhos:**

Poeira : enxaguar os olhos com as pápebras abertas alguns minutos sob água corrente e consultar o médico.

### 5- Medidas de combate incêndios

· **Meios adequados para extinção:**

C02, pó extintor ou jacto de água. Combater um grande incêndio com jacto de água.

· **Por razões de segurança, meios inadequados para extinção:** Água em jacto

· **Riscos especiais causados pela substância, seus produtos de combustão ou gases criados:**

Num incêndio podem-se libertar:

Monóxido de carbono (CO)

Oxidos azóicos (NOx)

Por aquecimento ou em caso de incêndio, é possível a criação de gases tóxicos.

· **Equipamento especial de protecção:**

Ter posto o aparelho de protecção de respiração, independentemente do ar ambiental.

### 6- Medidas a tomar em caso de fugas accidentais

· **Medidas de protecção relacionadas com homem:** Prever a existência de suficiente arejamento.

· **Medidas de protecção do ambiente:** Não deixar chegar à canalização ou à água.

DR

· **Procedimentos para limpeza/registo:** Apanhar mecanicamente.

· **Avisos adicionais:** Para informações referentes à evacuação, ver o capítulo 13.

## 7- Manuseamento e armazenagem

- **Manejo:**

- **Avisos para uso correcto:**

Proteger para uma boa ventilação no local de trabalho.

Com elaboração térmica e manipulação submetida a tensão, são necessárias medidas de aspersão nas máquinas de elaboração.

As formações de pó que não se possam evitar, devem ser retiradas regularmente.

Para a extracção do pó, devem-se utilizar aspiradores industriais adequados ou equipamentos centralizados de aspersão.

- **Armazenagem:**

- **Exigências para armazéns e recipientes:**

Armazenar as pranchas ao abrigo da umidade entre 15 e 25°C.

- **Avisos para armazenar juntamente:** Armazenar numa forma separada dos alimentos.

- **Classe de armazenamento:**

- **VbF classe:** não há

## 8- Controlo da exposição/protecção individual

- **Avisos adicionais para a realização de disposições técnicas:**

Não existem mais indicações, ver ponto 7.

- **Componentes com valor-limite a vigiar, relacionados com lugar-trabalho:**

O produto não contém quaisquer quantidades relevantes de substâncias para um valor limite relacionado com o local de trabalho.

- **Equipamento de protecção pessoal:**

- **Medidas comuns de protecção e higiene:**

Não aspirar pó / fumo / névoa.

Evitar o contacto com os olhos.

Lavar as mãos antes da pausa e no fim do trabalho.

- **Protecção da respiração:** Máscara para pó

- **Protecção das mãos:** Não necessário.

- **Protecção dos olhos:**



Óculos de protecção

Óculos de protecção totalmente fechados

- **Protecção do corpo:** Fato de protecção no trabalho

## 9- Propriedades físico-químicas

- **Forma:** Sólido

- **Cor:** Castanho

- **Odor:** Inodoro

- **Mudança do estado:**

**Ponto de fusão / âmbito de fusão:** NA°C

**Ponto de ebulição / âmbito de ebulição:** NA°C

- **Ponto de chama:** Não aplicável.

- **Temperatura da inflamação:**

- **Temperatura da decomposição:** >200°C

- **Inflamação espontânea:** O produto não é inflamável.

- **Risco de explosão:** O produto não corre o risco de explosão.

- **Densidade em 20°C:** 0,620 g/cm<sup>3</sup>

- **Solubilidade em / miscibilidade com**

**água:** Insolúvel.



### 10-estabilidade e reactividade

- **Destruição térmica / condições a evitar:**

Não existe decomposição em caso de emprego correcto das regras.

- **Reacções perigosas** Não se conhecem reacções perigosas.

- **Produtos perigosos de decomposição:** Não se conhecem produtos de decomposição perigosos.

### 11- Informação toxicológica

- **Toxicidade aguda:**

- **Efeito de irritabilidade primário:**

- **na pele:** Nenhum efeito excitante.

- **no olho:** Nenhum efeito excitante.

- **sensibilização:** Não é conhecida um efeito estimulante.

- **Avisos adicionais de toxicologia:**

No caso de uma utilização correcta e de emprego de acordo com as disposições, o produto não causa, segundo a nossa experiência e conhecimentos, efeitos contra a saúde.

### 12- Informação ecológica

- **Indicações para eliminação (persistência e reabsorbilidade):**

- **Outros avisos:** O produto é de difícil desintegração biológica.

- **Avisos comuns:** Actualmente não temos avaliações ecotoxicológicas.

### 13- Questões relativas à eliminação

- **Produto**

- **Recomendação:**

Queimar em incinerador apropriado ou descartar em aterro autorizado, conforme os regulamentos locais ou nacionais em vigor.

### 14- indicações relativas ao transporte

- **Transporte por terra ADR/RID (internacionalmente recomendado):**

- **ADR/RID-GGVS/E classe:** -

- **transporte marítimo IMDG:**

- **IMDG classe:** -

- **transporte aéreo ICAO-TI e IATA-DGR:**

- **ICAO/IATA classe:** -

- **transporte/outras indicações:** Não é material perigoso, segundo as autoridades superiores.

### 15- Informação sobre regulamento

- **Caracterização conforme normas CEE:**

Não se torna obrigatório marcar e catalogar o produto de acordo com as linhas directrizes da CEE / GefStoffV.

- **Regulamento nacional:**

- **Classificação conforme VbF:** não há

- **Classe de perigos para a água:** Em geral não é perigoso para a água.

### 16- Outras informações

Os dados baseiam-se no estado actual dos nossos conhecimentos, embora não representam uma garantia das propriedades do produto e não fundamentam uma situação jurídica.

- **local para exposição da folha de dados:** LAB. R&D

---

## A1.3 - ALUMEC 89

### DESCRIPTION

**Alumec 89** is a high strength aluminium alloy supplied in the form of hot rolled, heat treated plate. It undergoes a special cold stretching operation for maximum stress relieving. Thanks to its high and good stability, Alumec89 has become widely used in the tooling industry

Delivery condition: heat treated to 146-180 Brinell

### APPLICATIONS

The properties and characteristics which **Alumec 89** offers make it an ideal material for prototype tools and for moulding short and medium length production runs which are not subject to high pressures or abrasive plastics. Considerable shorter tool making times, lower tooling costs and shorter cycle times give valuable savings both for the toolmaker and the tool user when using **Alumec 89**

**Alumec 89** has the following characteristics which makes it suitable for many types of tools especially plastic moulds:

□ **Excellent Machinability** High cutting speeds, reduced machining times, lower tooling costs, quicker delivery times.

□ **Low Weight**

The low weight, which is approximately 1/3 of the weight of steel, allows easier and more convenient tool handling. Low inertia makes it possible to speed up closing and opening of moulds.

□ **High Thermal Conductivity**

Cycle times are reduced and less complicated cooling systems may be used

□ **Good Stability**

A special stress relieving operation guarantees minimal deformation during and after machining.

□ **Good Corrosive Resistance**

Good resistance against all commonly used plastic materials.

□ **Suitable for surface treatments**

**Alumec 89** can be anodised, hard chromium or nickel plated for increased hardness, wear resistance and corrosion resistance.

### PHYSICAL PROPERTIES

Density 2.83 (kg/dm<sup>3</sup>)

Nodulus of elasticity 71 500 N/mm<sup>2</sup>

Coefficient of thermal expansion 23 x 10<sup>-6</sup>

Thermal conductivity 165 W/mOC

Specific heat. 890 JKg

MECHANICAL PROPERTIES

Tensile strength values, which for practical purposes can be compared to compression strength values, should be regarded as typical.

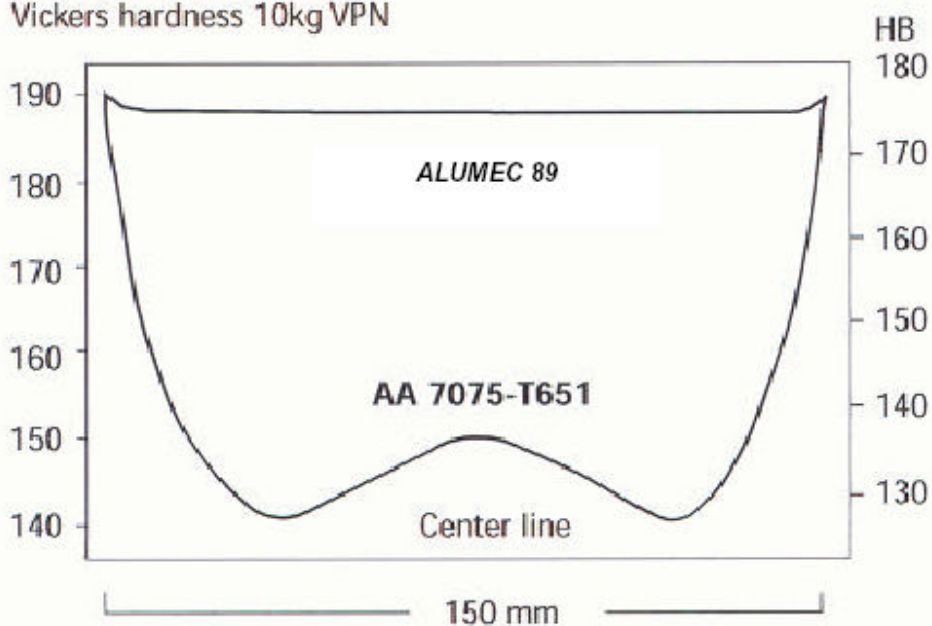
Values at room temperature for different plate thicknesses

Plate mm	Tensile strength MPa	Yield Strength MPa		Round mm	Tensile strength MPa	Yield Strength MPa
>10-50	590	550		40	680	630
>50-100	570	520		100	680	620
>100-150	550	500		200	670	610
>150-200	535	485				
>200-300	430	365				

Note: The plate is tested in the transverse direction and the round bar in the length direction.

### *Hardness distribution through the plate cross section*

Vickers hardness 10kg VPN



<b>MACHINING</b>	<b>General</b>	A major advantage when machining aluminium alloys is the possibility of using high cutting speeds. The reason is the low cutting force needed compared with steel and brass. Because of the excellent combination of mechanical and physical properties in <b>Alumec 89</b> the maximum cutting speed possible is very high, when suitable cutting tools are used. When using high speed milling machines, cutting speeds exceeding 3500 m/min. have been used with good results.
	<b>Cutting tool - Design and Material</b>	Although aluminium alloys give low cutting forces, it is necessary to use high quality cutting tools. In order to achieve the highest possible cutting speed the use of cemented carbide tools, especially during turning and end milling is ideal. The same cutting tools normally used for steel can also be used for machining of <b>Alumec 89</b> . However for good production economy, tools with large positive angles should be used. The flute should have a large chip space and be polished to prevent chips clogging the cutter. When sawing <b>Alumec 89</b> , a coarse tooth saw blade is recommended.
	<b>Cooling / Lubrication</b>	The purpose of the cutting fluid is to cool the work piece and to lubricate the cutting tool. Because of the high cutting speeds possible when machining <b>Alumec 89</b> , cooling is important, although the heat conductivity of <b>Alumec 89</b> is very high. Good lubrication is of special importance during deep hole drilling, as there is a prolonged contact between chips and tool. Cutting fluids recommended for steel may sometimes discolour the aluminium surface, if PH values are high. Most manufacturers of cutting fluid have universal fluids suitable for steel and aluminium.

<b>TURNING</b>		Rough turning with carbide	Fine turning with carbide	Fine turning with PCD	Turning with high speed steel
	Cutting speed ( $v_c$ )	600-1200 m/min	1200-2500 m/min	600-1500 m/min	250-300 m/min
	Feed (f)	0.3-1.0 mm/r	-0.3 mm/r	-0.3 mm/r	-0.3 mm/r
	Depth of cut ( $a_p$ )	2-6 mm	-2 mm	-3 mm	-3 mm
	Carbide grade	K20	K10		

<b>FACE MILLING</b>		Rough turning with carbide	Fine turning with carbide	Fine turning with PCD	Turning with high speed steel
	Cutting speed ( $v_c$ ) m/min	600-1000	1200-3000	800-4000	250-400
	Feed ( $f_2$ ) mm/tooth	0.2-0.6	0.1-0.2	0.05-0.2	-0.4
	Depth of cut ( $a_p$ )	2-8	-2	-2	-8
	Carbide grade	K20	K10		

<b>END MILLING</b>		Solid carbide	Indexable carbide	High speed steel
	Cutting speed ( $v_c$ ) m/min	300-500	300-500	120-150
	Feed ( $f_2$ ) mm/tooth	0.03-0.20 <sup>1</sup>	0.08-0.20 <sup>1</sup>	0.05-0.35 <sup>1</sup>
	Carbide grade	-	K20	-
	<sup>1</sup> ) Depending on the radial depth of cut and cutter diameter			

<b>DRILLING</b> High speed steel <sup>1)</sup>	Drill diameter	Cutting speed ( $v_c$ ) m/min	Feed (f) mm/r
	<5	50-70	0.20-0.30
	5-10	50-70	0.20-0.30
	10-15	50-70	0.30-0.35
	15-20	50-70	0.35-0.40
	<sup>1</sup> )Point angle 118° helix angle 16-30°		

<b>DRILLING</b> Carbide <sup>1)</sup>		Depth of cut ( $v_c$ ) m/min	Feed (f) mm/r
	Indexable insert	200-400	0.05-0.25 <sup>2</sup>
	Solid carbide	200-300	0.10-0.25 <sup>2</sup>
	Brazed carbide <sup>1)</sup>	200-300	0.15-0.25 <sup>2</sup>
	<sup>1</sup> )Drill with internal cooling channels and brazed carbide tip <sup>2</sup> )Depending on drill diameter		

<b>GRINDING</b>	A general grinding wheel recommendation is given below. For grinding of <b>Alumec 89</b> use silicon carbide abrasive. Cutting oil is recommended as grinding fluid.	
	Type of grinding	Wheel recommendation
	Face grinding straight wheel	C 46 HV
	Face grinding segments	C 24 GV
	Cylindrical grinding	C60 JV
	Internal grinding	C 46 HV
	Profile grinding	C 100 LV

<b>POLISHING GUIDELINES</b>	<b>General</b>	Maintain a clean environment and ensure that the work piece is flushed with an appropriate industrial solvent to prevent accumulation of polishing debris. Use large tools wherever possible to prevent high levels of localised pressure leading to surface degradation. Renew grinding paper frequently and change direction of grinding between grades. When working towards a mirror finish use copious quantities of lubricant such as light oil.
	<b>Techniques</b>	Both mechanical and manual techniques may be used. When seeking a mirror finish the use of power tools should be avoided.
	<b>Media</b>	Carborundum paper should be used for grinding starting with grades 300 through to 800. When seeking a mirror, continue with 1200 grade paper and if necessary followed with 6 micron/3 micron diamond paste

<b>ELECTRICAL DISCHARGE MACHINING (EDM)</b>	Machine settings are similar to those used for steel but may need more power to stabilize Metal removal rates are 3 to 4 times that of steel necessitating good flushing to avoid arcing. Copper electrodes give best results and show less wear. Roughing electrodes are rarely required.
---	---

<b>PHOTO-ETCHING</b>	<b>Alumec 89</b> is perfect for photo-etching thanks to its homogeneous structure
----------------------	---

<b>SURFACE TREATMENT</b>	<b>Anodising</b>	<b>Alumec 89</b> can be hard anodised for higher wear resistance, giving a surface hardness equivalent to about 65 HRC in steel. Usual coating thickness is 20-50 µm. Anodising is used to a limited degree in mould cavities due to the difference in expansion of the surface layer relative to the underlying aluminium. This can lead to hairline cracking, spoiling the surface appearance of mouldings. This surface is usually acceptable on non moulding tool parts such as slides, wear guides, leader pins and bushes, ejector pins etc. The anodising will cause dimension changes in the workpiece, and allowance should therefore, be made. Increase in dimension is about 50% of the oxide layer thickness. The oxide layer may be impregnated with PTFE to reduce adhesion of the plastic.
	<b>Hard Chrome plating</b>	Hardness levels up to and equivalent of 80 HRC are possible using processes which have been developed for aluminium alloys. Plated layer thickness is typically 0.1-0.2 mm.
	<b>Chemical nickel plating</b>	Hardness levels equivalent to 50 HRC are possible. Plated layer thickness is typically 0.03-0.1 mm whilst adhesion and corrosion resistance are generally superior to a chrome plated finish.

<b>REPAIR WELDING</b>	<b>Alumec 89</b> may be repair welded using either Metal Inert Gas (MIG) or Tungsten Inert Gas (TIG) processes, though TIG is not recommended for large scale repairs	
	<b>General guidelines</b>	<p><b>Equipment</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>400 Amps rating, Wire Feed Motor. 7.5-10 m/min (compared to 3.7 m/min for steel)</li> </ul> <p><b>Welding wire</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>AA5356 (Al 5.2% Mg) or</li> <li>AA5087 (Al 4.5% MgMnZr)</li> <li>MIG 1.6 mm Dia.</li> <li>TIG 2.4-3.2 mm</li> </ul> <p><i>Pre-weld preparation</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Vertical faces should be machined to an angle and surfaces to be welded, degreased. Oxide layer must be removed using rotary wire brushing and welding carried out within 8 hours.</li> </ul> <p><i>Pre-Heating</i> Pre-heat to 50-100°C to offset the chilling effect high thermal conductivity of <b>Alumec 89</b> Maximum metal temperature</p>

<b>SIZE RANGE</b>	Plate	92 to 202 mm
-------------------	-------	--------------

### LOCATIONS

#### **Bohler Uddeholm Australia Pty Ltd ABN 15000013052**

Sydney	129-135 McCredie Rd Guildford	2161	Ph (02) 8724 5554	Fax (02) 8724 5555
Newcastle	3 Pavilion Pl Cardiff	2285	Ph (02) 4954 6611	Fax (02) 4956 5773
Albury	1 Eames St Albury	2640	Ph (02) 6041 3399	Fax (02) 6041 1820
Wollongong	40 Doyle Ave Unanderra	2526	Ph (02) 4272 6544	Fax (02) 4272 7563
Marayong	1/21 Binney Rd Marayong	2148	Ph (02) 9831 4431	Fax (02) 9671 1682
Melbourne	282-290 Greens Rd Dandenong	3175	Ph (03) 9767 5554	Fax (03) 9767 5555
Bayswater	4 Amsted Rd Bayswater	3153	Ph (03) 9739 8022	Fax (03) 9739 8033
Adelaide	1 Williams Cir Pooraka	5095	Ph (08) 8368 4554	Fax (08) 8368 4555
Brisbane	12-18 Limestone St Darra	4076	Ph (07) 3712 9554	Fax (07) 3712 9555
Townsville	9-11 Caldwell St Garbutt	4814	Ph (07) 4479 4800	Fax (07) 4725 1316
Perth	29-33 Gauge Cir Canningvale	6155	Ph (08) 9455 8672	Fax (08) 9455 8673
Kewdale	5 Beete St Welshpool	6106	Ph (08) 9350 9582	Fax (08) 9350 9683
Launceston	20 Murphy St Invermay	7248	Ph (03) 6334 3542	Fax (03) 6331 4001

[www.buau.com.au](http://www.buau.com.au)

Every care has been taken in listing this information, particularly specifications. Bohler Uddeholm Australia Pty Ltd will not accept responsibility for any loss or other damage caused to any person or Company as a result of the use of information contained herein

## Anexo – A2 Simulação

### A2.1 Propriedades do Material

Reaction Kinetics Properties | PVT Properties | Mechanical Properties | Filler Properties

Description | Recommended Processing | Rheological Properties | Thermal Properties

Default viscosity model:  View viscosity model coefficients... Plot Viscosity

**Reactive Viscosity Model Coefficients**

Reactive viscosity model

n:

Tau\*:  Pa

B:  Pa-s

Tb:  K

c1:

c2:

Plot Viscosity

View test information...

Gelation conversion:

OK Ajuda

Fig. 1 -propriedades reológicas

**a)**

Description | Recommended Processing | PVT

Reaction Kinetics Properties

N-th order kinetics

H:  J/kg

B1:  s

B2:  K

m:

n:

A1:  1/s

A2:  1/s

E1:  K

E2:  K

View N-th

**b)**

Reaction Kinetics Properties | PVT Properties | Rhe

Description | Recommended Processing | Rhe

Melt temperature:  C

Melt temperature range (recommended):

Minimum:  C

Maximum:  C

Mold surface temperature:  C

Mold temperature range (recommended):

Minimum:  C

Maximum:  C

Ejection conversion:

Fig. 1- a)Propriedades da reacção cinética; b) parâmetros de processamento



Description	Recommended Processing	Rheological Properties	Thermal Properties
Reaction Kinetics Properties	PVT Properties	Mechanical Properties	Filler Properties
<b>Mechanical properties data</b>			
Elastic modulus, 1st principal direction (E1)		<input type="text" value="1000"/>	MPa
Elastic modulus, 2nd principal direction (E2)		<input type="text" value="1000"/>	MPa
Poissons ratio (v12)		<input type="text" value="0.33"/>	
Poissons ratio (v23)		<input type="text" value="0.33"/>	
Shear modulus (G12)		<input type="text" value="30"/>	MPa
<b>Transversely isotropic coefficient of thermal expansion (CTE) data</b>			
Alpha1		<input type="text" value="0.00014"/>	1/C
Alpha2		<input type="text" value="0.00014"/>	1/C

Fig. 2-propriedades mecânicas

Reaction Kinetics Properties	PVT Properties	Mechanical Properties	Filler Properties
Description	Recommended Processing	Rheological Properties	Thermal Properties
Melt density	<input type="text" value="1.145"/>	g/cm <sup>3</sup>	
Solid density	<input type="text" value="1.301"/>	g/cm <sup>3</sup>	
<b>Specific heat data</b>			
	Temperature (T) C	Specific heat (Cp) J/kg-C	Heating/cooling rate C/s
1	40	1404.5	0.1667
2	43	1414.7	0.1667
3	46	1424.8	0.1667
4	49	1434.9	0.1667
5	52	1445.1	0.1667
6	55	1455.2	0.1667
7	58	1465.3	0.1667
8	61	1475.5	0.1667
9	64	1485.6	0.1667
10	67	1495.8	0.1667
<a href="#">Plot specific heat data...</a>			
<a href="#">View specific heat test information...</a>			
<b>Thermal conductivity data</b>			
	Temperature (T) C	Thermal conductivity (k) W/m-C	Heating/cooling rate C/s
1	30	0.027	0

a)

Melt density	<input type="text" value="1.145"/>	g/cm <sup>3</sup>	
Solid density	<input type="text" value="1.301"/>	g/cm <sup>3</sup>	
<b>Specific heat data</b>			
	Temperature (T) C	Specific heat (Cp) J/kg-C	Heating/cooling rate C/s
11	70	1505.9	0.1667
12	73	1516.1	0.1667
13	76	1526.2	0.1667
14	79	1536.3	0.1667
15	82	1546.5	0.1667
16	85	1556.6	0.1667
17	88	1566.8	0.1667
18	91	1576.9	0.1667
19	94	1587	0.1667
20	97	1597.2	0.1667

b)

Fig. 3- a) e b)Propriedades térmicas

## Anexo A2.2-resultados

Assim as figuras abaixo dizem respeito à simulação 10, na qual se utilizou uma temperatura do molde de 40°C.

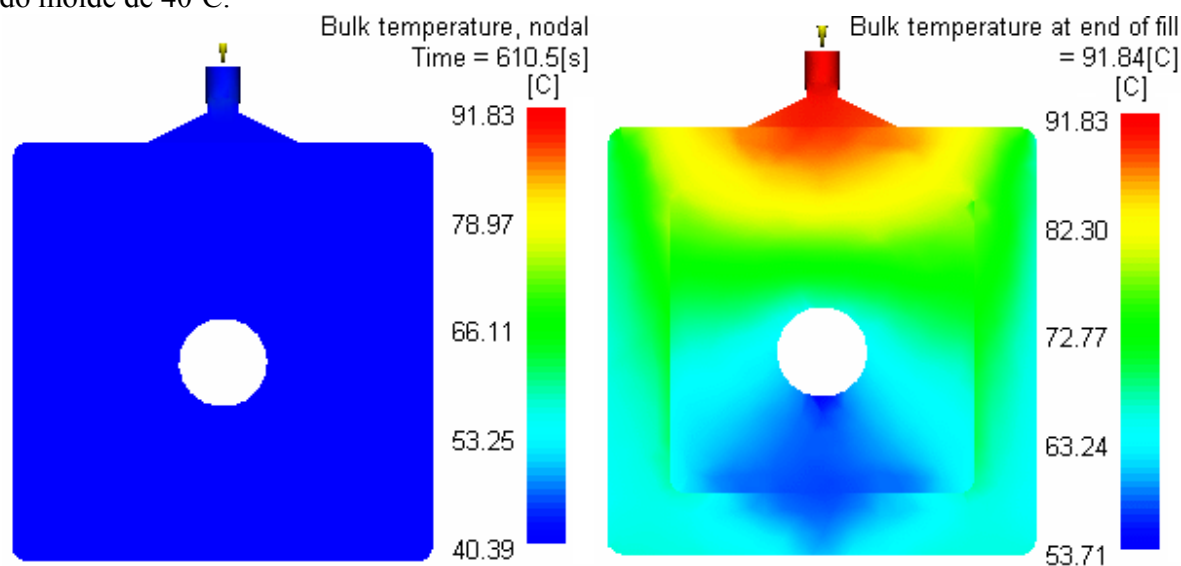


Fig. 5- Distribuição temperatura

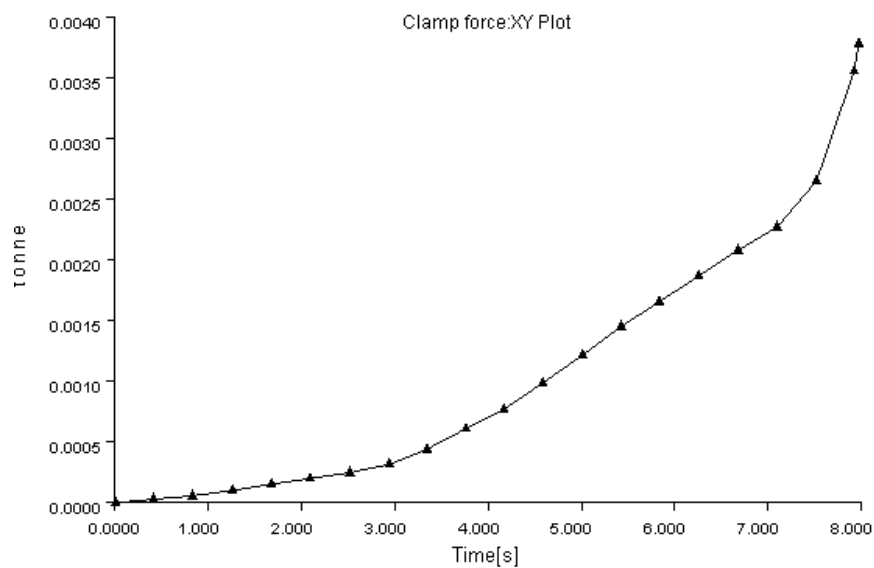
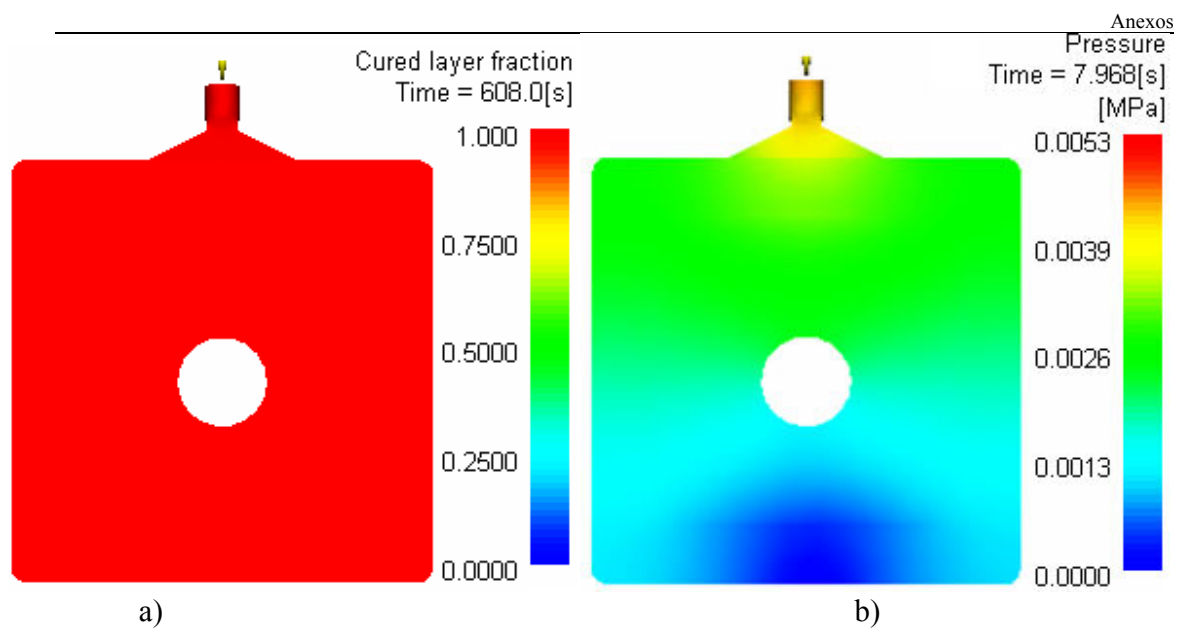
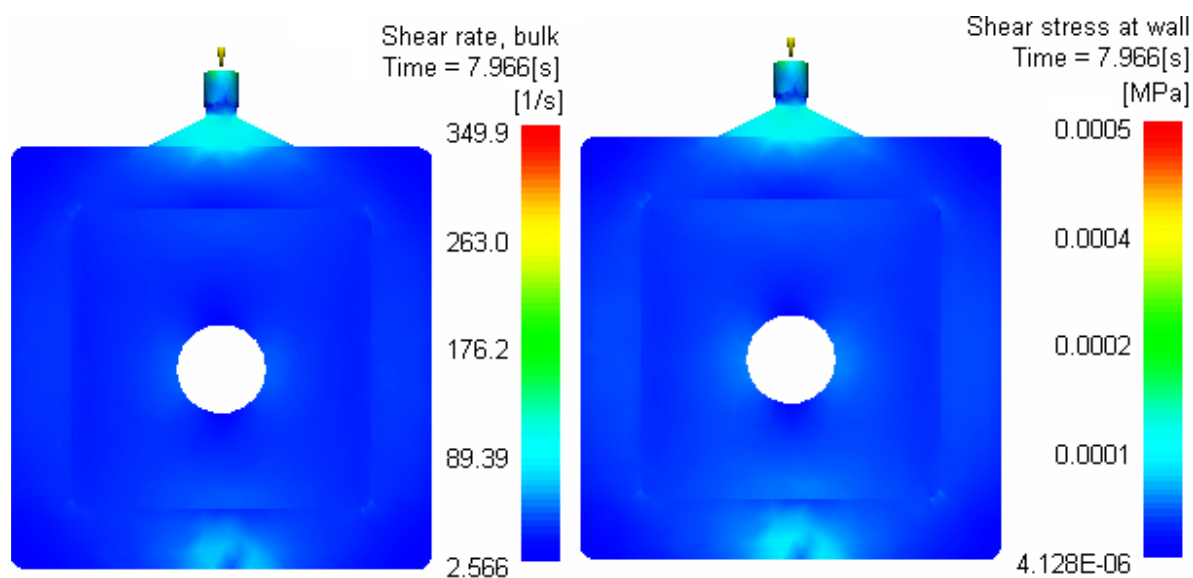


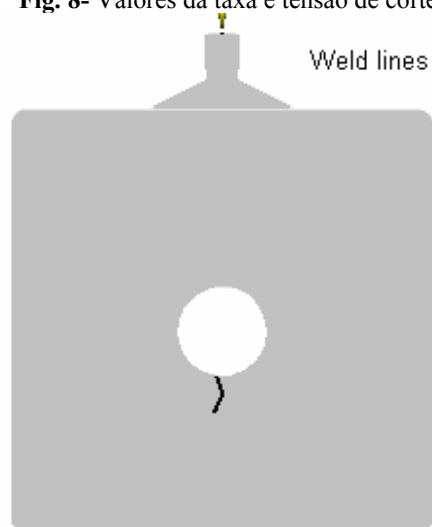
Fig. 5- Gráfico da força de fecho



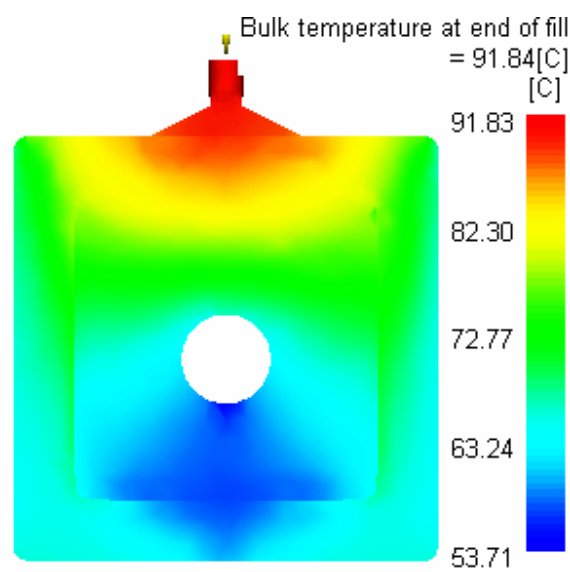
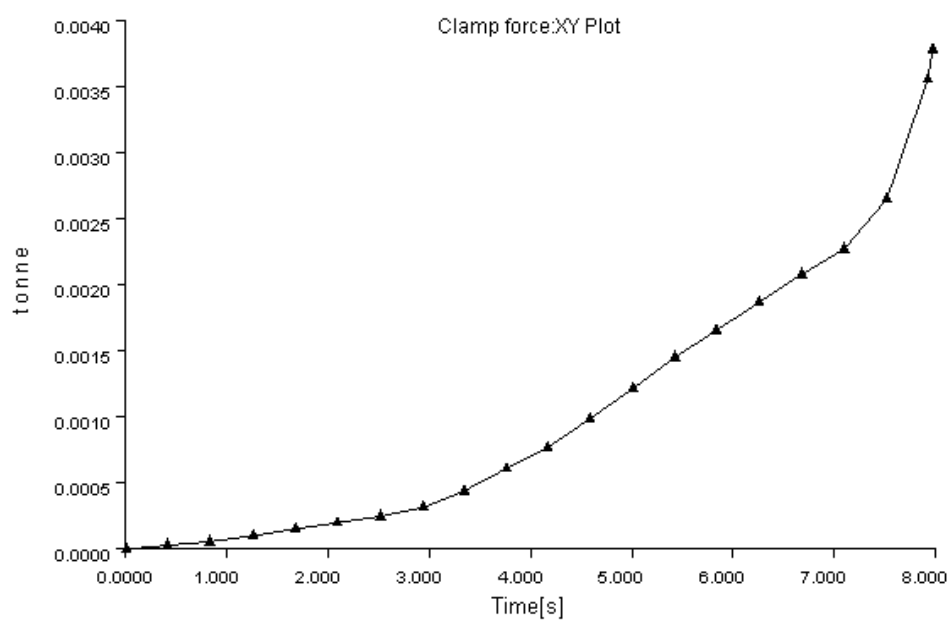
**Fig. 7- a)Fracção de material curado ao fim dos 10 minutos; b)Distribuição da pressão**

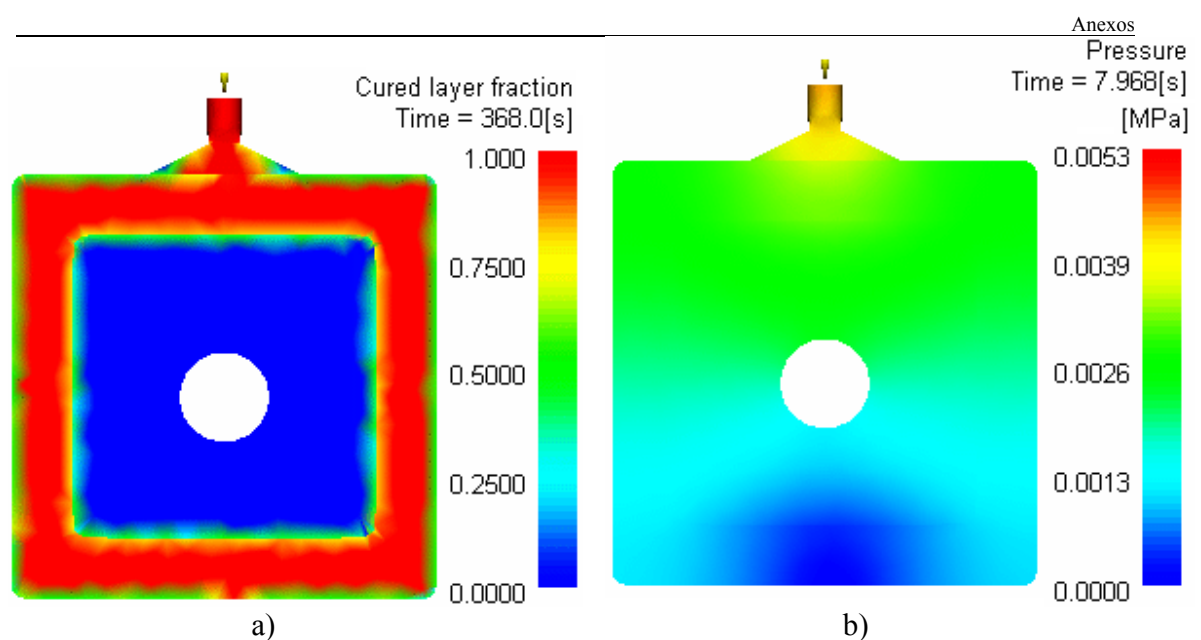


**Fig. 8- Valores da taxa e tensão de corte**

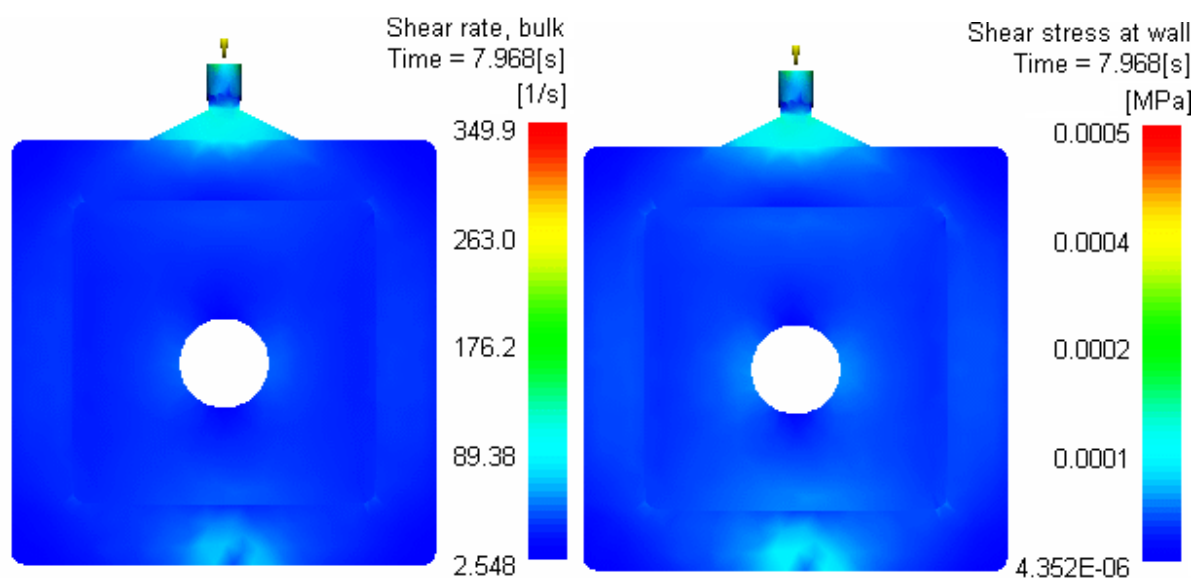


**Fig. 0- Posição da linha e soldadura**

**Fig. 10-** Distribuição da pressão**Fig. 11-** Gráfico da força de fecho



**Fig. 12-** a) Fracção de material curado ao fim dos 6 minutos; b) Distribuição da pressão



**Anexo A3-Parametros de processamento**

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
J <sub>1</sub>	52.6% Isocianato 47.4% Polioli	6	44.35	22
J <sub>2</sub>	52.6% Isocianato 47.4% Polioli	6	43.80	22
J <sub>3</sub>	52.6% Isocianato 47.4% Polioli	6	43.95	22
J <sub>4</sub>	52.6% Isocianato 47.4% Polioli	6	44.11	22
J <sub>5</sub>	<b>52.6% Isocianato 47.4% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>45.29</b>	<b>22</b>

**Tabela 1:** variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
K <sub>1</sub>	61.5% Isocianato 38.5% Polioli	6	44.90	22
K <sub>2</sub>	61.5% Isocianato 38.5% Polioli	6	44.35	22
K <sub>3</sub>	61.5% Isocianato 38.5% Polioli	6	42.57	22
K <sub>4</sub>	61.5% Isocianato 38.5% Polioli	6	42.51	22
K <sub>5</sub>	<b>61.5% Isocianato 38.5% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>41.23</b>	<b>22</b>

**Tabela 2:** variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
L <sub>1</sub>	42.5% Isocianato 57.5% Polioli	6	42.59	22
L <sub>2</sub>	42.5% Isocianato 57.5% Polioli	6	42.40	22
L <sub>3</sub>	42.5% Isocianato 57.5% Polioli	6	38.85	22
L <sub>4</sub>	42.5% Isocianato 57.5% Polioli	6	38.54	22
L <sub>5</sub>	<b>42.5% Isocianato 57.5% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>39.69</b>	<b>22</b>

**Tabela 3:** variação da quantidade dos componentes



## ■ Molde em poliuretano (lab850)

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
M <sub>1</sub>	52.6% Isocianato 47.4% Polioli	6	44.65	22
M <sub>2</sub>	52.6% Isocianato 47.4% Polioli	6	45.35	22
M <sub>3</sub>	52.6% Isocianato 47.4% Polioli	6	45.91	22
M <sub>4</sub>	52.6% Isocianato 47.4% Polioli	6	42.50	22
M <sub>5</sub>	<b>52.6% Isocianato 47.4% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>41.9</b>	<b>22</b>

Tabela 4: variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
N <sub>1</sub>	61.5% Isocianato 38.5% Polioli	6	42.71	22
N <sub>2</sub>	61.5% Isocianato 38.5% Polioli	6	41.73	22
N <sub>3</sub>	61.5% Isocianato 38.5% Polioli	6	41.84	22
N <sub>4</sub>	61.5% Isocianato 38.5% Polioli	6	41.67	22
N <sub>5</sub>	<b>61.5% Isocianato 38.5% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>40.46</b>	<b>22</b>

Tabela 5: variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
O <sub>1</sub>	42.5% Isocianato 57.5% Polioli	6	40.06	22
O <sub>2</sub>	42.5% Isocianato 57.5% Polioli	6	40.88	22
O <sub>3</sub>	42.5% Isocianato 57.5% Polioli	6	41.38	22
O <sub>4</sub>	42.5% Isocianato 57.5% Polioli	6	40.89	22
O <sub>5</sub>	<b>42.5% Isocianato 57.5% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>40.83</b>	<b>22</b>

Tabela 6: variação da quantidade dos componentes

▪ **Molde em alumínio**

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
G <sub>1</sub>	51% Isocianato 49% Polioli	6	40	23
G <sub>2</sub>	51% Isocianato 49% Polioli	6	40	23
G <sub>3</sub>	51% Isocianato 49% Polioli	6	40	25
G <sub>4</sub>	51% Isocianato 49% Polioli	6	40	25
G <sub>5</sub>	<b>51% Isocianato 49% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>40</b>	<b>25</b>

Tabela 7: variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
H <sub>1</sub>	42% Isocianato 58% Polioli	6	40	26
H <sub>2</sub>	42% Isocianato 58% Polioli	6	40	27
H <sub>3</sub>	42% Isocianato 58% Polioli	6	40	27
H <sub>4</sub>	42% Isocianato 58% Polioli	6	40	26
H <sub>5</sub>	<b>42% Isocianato 58% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>40</b>	<b>27</b>

Tabela 0-8: variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
I <sub>1</sub>	59% Isocianato 41% Polioli	6	40	25
I <sub>2</sub>	59% Isocianato 41% Polioli	6	40	25
I <sub>3</sub>	59% Isocianato 41% Polioli	6	40	25
I <sub>4</sub>	59% Isocianato 41% Polioli	6	40	25
I <sub>5</sub>	<b>59% Isocianato 41% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>40</b>	<b>25</b>

Tabela 9: variação da quantidade dos componentes

▪ **Molde em resina com grafite**

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
S <sub>1</sub>	53.3% Isocianato 46.7% Polioli	5.5	35.3	25.1
S <sub>2</sub>	53.3% Isocianato 46.7% Polioli	5.5	36.9	25.1
S <sub>3</sub>	53.3% Isocianato 46.7% Polioli	5.5	37.8	25.1
S <sub>4</sub>	53.3% Isocianato 46.7% Polioli	5.5	37.2	25.1
S <sub>5</sub>	53.3% Isocianato 46.7% Polioli	5.5	38.2	25.1
S <sub>6</sub>	53.3% Isocianato 46.7% Polioli	5.5	38.5	25.1
S <sub>7</sub>	53.3% Isocianato 46.7% Polioli	5.5	37.8	25.1
S <sub>8</sub>	<b>53.3% Isocianato 46.7% Polioli</b>	<b>5.5</b>	<b>36.7</b>	<b>25.1</b>





Tabela 10: variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
T <sub>1</sub>	58.6% Isocianato 41.4% Polioli	5.5	37.2	25.3
T <sub>2</sub>	58.6% Isocianato 41.4% Polioli	5.5	37.9	25.3
T <sub>3</sub>	58.6% Isocianato 41.4% Polioli	5.5	36.2	25.3
T <sub>4</sub>	58.6% Isocianato 41.4% Polioli	5.5	35	25.3
T <sub>5</sub>	58.6% Isocianato 41.4% Polioli	5.5	36.4	25.3
T <sub>6</sub>	58.6% Isocianato 41.4% Polioli	5.5	36.3	25.3
T <sub>7</sub>	58.6% Isocianato 41.4% Polioli	5.5	36.4	25.3
T <sub>8</sub>	<b>58.6% Isocianato 41.4% Polioli</b>	<b>5.5</b>	<b>36.6</b>	<b>25.3</b>

Tabela 11: variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
U <sub>1</sub>	43.1% Isocianato 56.9% Polioli	6	34	24.3
U <sub>2</sub>	43.1% Isocianato 56.9% Polioli	6	37.9	24.3
U <sub>3</sub>	43.1% Isocianato 56.9% Polioli	6	37.6	24.3
U <sub>4</sub>	43.1% Isocianato 56.9% Polioli	6	37.7	24.3
U <sub>5</sub>	43.1% Isocianato 56.9% Polioli	6	37.1	24.3
U <sub>3</sub>	43.1% Isocianato 56.9% Polioli	6	38.1	24.3
U <sub>4</sub>	43.1% Isocianato 56.9% Polioli	6	39.4	24.3
U <sub>5</sub>	<b>43.1% Isocianato 56.9% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>39.5</b>	<b>24.3</b>

Tabela 12: variação da quantidade dos componentes

■ Molde em silicone

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
P <sub>1</sub>	51% Isocianato 49% Polioli	6	40	23
P <sub>2</sub>	51% Isocianato 49% Polioli	6	40	23
P <sub>3</sub>	51% Isocianato 49% Polioli	6	40	25
P <sub>4</sub>	51% Isocianato 49% Polioli	6	40	25
P <sub>5</sub>	<b>51% Isocianato 49% Polioli</b>	<b>6</b>	<b>40</b>	<b>25</b>

Tabela 13: variação da quantidade dos componentes



Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
Q <sub>1</sub>	42% Isocianato 58%Poliol	6	40	26
Q <sub>2</sub>	42% Isocianato 58%Poliol	6	40	27
Q <sub>3</sub>	42% Isocianato 58%Poliol	6	40	27
Q <sub>4</sub>	42% Isocianato 58%Poliol	6	40	26
Q <sub>5</sub>	<b>42% Isocianato 58%Poliol</b>	<b>6</b>	<b>40</b>	<b>27</b>

Tabela 14: variação da quantidade dos componentes

Peças	Quantidade dos componentes (%)	Pressão (bar)	Temperatura molde (°C)	Temperatura Reagentes (°C)
R <sub>1</sub>	59% Isocianato 41% Polioliol	6	40	25
R <sub>2</sub>	59% Isocianato 41% Polioliol	6	40	25
R <sub>3</sub>	59% Isocianato 41% Polioliol	6	40	25
R <sub>4</sub>	59% Isocianato 41% Polioliol	6	40	25
R <sub>5</sub>	<b>59% Isocianato 41% Polioliol</b>	<b>6</b>	<b>40</b>	<b>25</b>

## Anexo A.4 – Orçamentos Reais de diversos materiais

### Placas SIKABLOCK M 610

Dimensões: 1500 x 500 x 50 mm

- Quantidade : 13 un.
- Preço : **153,00 €/un. \*** -----→ 6,68 €/kg
- Dimensões: 1500 x 500 x 100 mm
- Quantidade : 8 un.
- Preço : **288,00 €/un. \***

### SIKABLOCK M 960 (parecida com a 850)

Dimensões: 1000 x 500 x 50 mm

Preço: **247,50 €/un. \*** -----→ 9,9 €/kg

Dimensões: 1000 x 500 x 100 mm

Preço: **471,60 €/un. \***

### BIRESIN L 74 ( A+B )

Embalagem: Latas com 25 kg Parte A + 4,25 kg Parte B

- Quantidade: *Mínimo 29,25 kg*
- Preço: *18,69 €/kg \**

Densidade: 1,2



**KORAFORM A 50 ( A+B )**

- ❑ Embalagem: Latas com 22 kg (Parte A) + 2,2 kg (Parte B)
- ❑ Quantidade: *Mínimo 24,2 kg*
- ❑ Preço: **22,11 €/kg \***
- ❑ Densidade 1,3

**BIRESIN L 84 ( A+B ) RIM**

Embalagem: Latas com 10 kg Parte A + 2 kg Parte B

- ❑ Quantidade: *Mínimo 12 kg*
- ❑ Preço: **10,39 €/kg \***

Densidade: 1,2

**BIRESIN G 36 A / L 74 B**

- ❑ Embalagem: Latas com 5 kg Parte A + 0,3 kg Parte B
- ❑ Quantidade: *10,6 kg*
- ❑ Preço: **24,30 €/kg \***
- ❑ Densidade 1,7

**Pó de Alumínio Ref. AL 001 P**

- ❑ Embalagem: Latas com 35 kg
- ❑ Quantidade: *35 kg*
- ❑ Preço: **5,64 €/kg \***

**Alumínio**

1 Chapa em alumínio c/ 505x505x60mm

- Preço: 306,80€ -----> 7,1 €/kg





## ***Anexo A5 – Normas***





Designation: D 5045 - 96

## Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastic Materials<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 5045; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 These test methods are designed to characterize the toughness of plastics in terms of the critical-stress-intensity factor,  $K_{Ic}$ , and the energy per unit area of crack surface or critical strain energy release rate,  $G_{Ic}$ , at fracture initiation.

1.2 Two testing geometries are covered by these test methods, single-edge-notch bending (SENB) and compact tension (CT).

1.3 The scheme used assumes linear elastic behavior of the cracked specimen, so certain restrictions on linearity of the load-displacement diagram are imposed.

1.4 A state-of-plane strain at the crack tip is required. Specimen thickness must be sufficient to ensure this stress state.

1.5 The crack must be sufficiently sharp to ensure that a minimum value of toughness is obtained.

1.6 The significance of these test methods and many conditions of testing are identical to those of Test Method E 399, and, therefore, in most cases, appear here with many similarities to the metals standard. However, certain conditions and specifications not covered in Test Method E 399, but important for plastics, are included.

1.7 This protocol covers the determination of  $G_{Ic}$  as well, which is of particular importance for plastics.

1.8 These test methods give general information concerning the requirements for  $K_{Ic}$  and  $G_{Ic}$  testing. As with Test Method E 399, two annexes are provided which give the specific requirements for testing of the SENB and CT geometries.

1.9 Test data obtained by these test methods are relevant and appropriate for use in engineering design.

1.10 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

NOTE 1—There is currently no ISO standard that duplicates this test method. Pending ISO/CD 13586 covers similar testing and references this test method for testing conditions.

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

<sup>1</sup> These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.10 on Fracture Properties.

Current edition approved July 10, 1996. Published September 1996. Originally published as D 5045 - 90. Last previous edition D 5045 - 95.

- D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics<sup>2</sup>
- D 4000 Classification System for Specifying Plastic Materials<sup>3</sup>
- E 399 Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials<sup>4</sup>
- E 616 Terminology Relating to Fracture Testing<sup>4</sup>
- E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>5</sup>

### 3. Terminology

#### 3.1 Definitions:

3.1.1 *compact tension*—specimen geometry consisting of single-edge notched plate loaded in tension. See 3.1.5 for reference to additional definition.

3.1.2 *critical strain energy release rate,  $G_{Ic}$* —toughness parameter based on energy required to fracture. See 3.1.5 for reference to additional definition.

3.1.3 *plane-strain fracture toughness,  $K_{Ic}$* —toughness parameter indicative of the resistance of a material to fracture. See 3.1.5 for reference to additional definition.

3.1.4 *single-edge notched bend*—specimen geometry consisting of center-notched beam loaded in three-point bending. See 3.1.5 for reference to additional definition.

3.1.5 Reference is made to Test Method E 399 for additional explanation of definitions.

#### 3.2 Description of Term Specific to This Standard:

3.2.1 *yield stress*—stress at fracture is used. The slope of the stress-strain curve is not required to be zero. See 7.2 for reference to additional definition.

### 4. Summary of Test Methods

4.1 These test methods involve loading a notched specimen that has been precracked, in either tension or three-point bending. The load corresponding to a 2.5 % apparent increment of crack extension is established by a specified deviation from the linear portion of the record. The  $K_{Ic}$  value is calculated from this load by equations that have been established on the basis of elastic stress analysis on specimens of the type described in the test methods. The validity of the determination of the  $K_{Ic}$  value by these test methods depends upon the establishment of a sharp-crack condition at the tip of the crack, in a specimen of adequate size to give linear elastic behavior.

4.2 A method for the determination of  $G_{Ic}$  is provided.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.02.

<sup>4</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

<sup>5</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

The method requires determination of the energy derived from integration of the load versus load-point displacement diagram, while making a correction for indentation at the loading points as well as sample compression and system compliance.

## 5. Significance and Use

5.1 The property  $K_{Ic}$  ( $G_{Ic}$ ) determined by these test methods characterizes the resistance of a material to fracture in a neutral environment in the presence of a sharp crack under severe tensile constraint, such that the state of stress near the crack front approaches plane strain, and the crack-tip plastic (or non-linear viscoelastic) region is small compared with the crack size and specimen dimensions in the constraint direction. A  $K_{Ic}$  value is believed to represent a lower limiting value of fracture toughness. This value may be used to estimate the relation between failure stress and defect size for a material in service wherein the conditions of high constraint described above would be expected. Background information concerning the basis for development of these test methods in terms of linear elastic fracture mechanics may be found in Refs (1-5).<sup>6</sup>

5.1.1 The  $K_{Ic}$  ( $G_{Ic}$ ) value of a given material is a function of testing speed and temperature. Furthermore, cyclic loads can cause crack extension at  $K$  values less than  $K_{Ic}$  ( $G_{Ic}$ ). Crack extension under cyclic or sustained load will be increased by the presence of an aggressive environment. Therefore, application of  $K_{Ic}$  ( $G_{Ic}$ ) in the design of service components should be made considering differences that may exist between laboratory tests and field conditions.

5.1.2 Plane-strain fracture toughness testing is unusual in that there can be no advance assurance that a valid  $K_{Ic}$  ( $G_{Ic}$ ) will be determined in a particular test. Therefore it is essential that all of the criteria concerning validity of results be carefully considered as described herein.

5.1.3 Clearly, it will not be possible to determine  $K_{ic}(G_{ic})$  if any dimension of the available stock of a material is insufficient to provide a specimen of the required size.

5.2 Inasmuch as the fracture toughness of plastics is often dependent on specimen process history, that is, injection molded, extruded, compression molded, etc., the specimen crack orientation (parallel or perpendicular) relative to any processing direction should be noted on the report form discussed in 10.1.

5.3 For many materials, there may be a specification that requires the use of these test methods, but with some procedural modifications that take precedence when adhering to the specification. Therefore, it is advisable to refer to that material specification before using these test methods. Table 1 of Classification System D 4000 lists the ASTM materials standards that currently exist.

## 6. Apparatus

6.1 *Testing Machine*—A constant displacement-rate device shall be used such as an electromechanical, screw-driven machine, or a closed loop, feedback-controlled servohydraulic load frame. For SENB, a rig with either stationary or

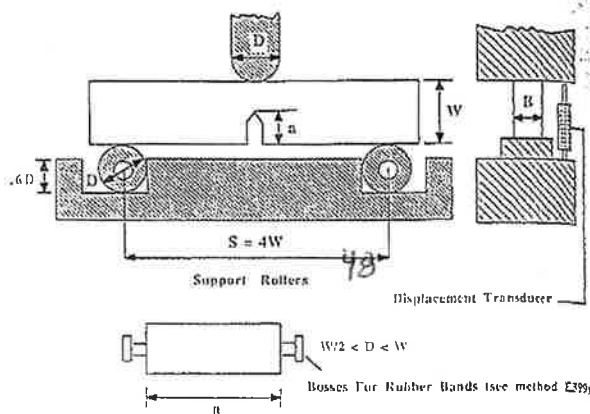
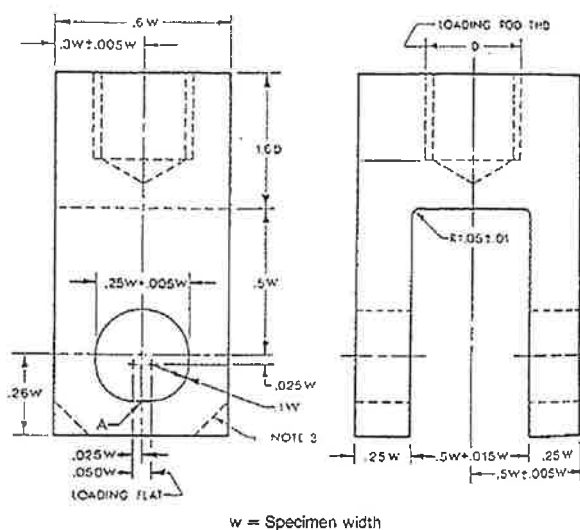


FIG. 1a Bending Rig with Transducer for SENB



**FIG. 1b Tension Testing Clevis Design for CT**

moving rollers of sufficiently large diameter to avoid excessive plastic indentation is required. A suitable arrangement for loading the SENB specimen is that shown in Fig. 1(a). A loading clevis suitable for loading compact tension specimens is shown in Fig. 1(b). Loading is by means of pins in the specimen holes (Fig. 2(b)).

6.2 *Displacement Measurement*—An accurate displacement measurement must be obtained to assure accuracy of the  $G_{ic}$  value.

6.2.1 *Internal Displacement Transducer*—For either SENB or CT specimen configurations, the displacement measurement can be performed using the machine's stroke (position) transducer. The fracture-test-displacement data must be corrected for system compliance, loading-pin penetration (brinelling) and sample compression by performing a calibration of the testing system as described in 9.2.

**6.2.2 External Displacement Transducer**—If an internal displacement transducer is not available, or has insufficient precision, then an externally applied displacement-meas-

<sup>6</sup> The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of these test methods.



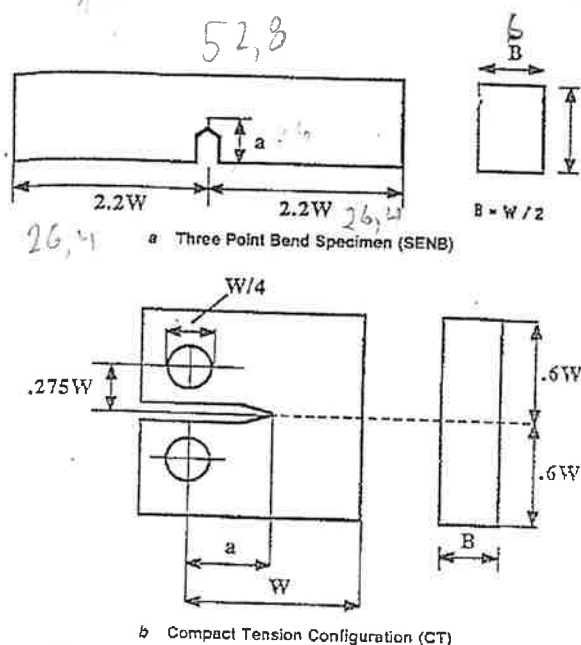


FIG. 2 Specimen Configuration as in Test Method E 399

suring device may be used as illustrated in Fig. 1(a) for the SENB configuration. For CT specimens, a clip gage can be mounted across the loading pins. For both the SENB and CT specimens, the displacement should be taken at the load point.

## 7. Specimen Size, Configurations, and Preparation

### 7.1 Specimen Size:

7.1.1 SENB and CT geometries are recommended over other configurations because these have predominantly bending stress states which allow smaller specimen sizes to achieve plane strain. Specimen dimensions are shown in Fig. 2 (a, b). If the material is supplied in the form of a sheet, the specimen thickness,  $B$ , should be identical with the sheet thickness, in order to maximize this dimension. The sample width,  $W$ , is  $W = 2B$ . In both geometries the crack length,  $a$ , should be selected such that  $0.45 < a/W < 0.55$ .

7.1.2 In order for a result to be considered valid according to these test methods, the following size criteria must be satisfied:

$$B, a, (W - a) > 2.5 (K_Q/\sigma_y)^2 \quad (1)$$

where:

$K_Q$  = the conditional or trial  $K_{Ic}$  value (see Section 9), and  $\sigma_y$  = the yield stress of the material for the temperature and loading rate of the test.

The criteria require that  $B$  must be sufficient to ensure plane strain and that  $(W - a)$  be sufficient to avoid excessive plasticity in the ligament. If  $(W - a)$  is too small and non-linearity in loading occurs, then increasing the  $W/B$  ratio to a maximum of 4 can be attempted for SENB specimens.

### 7.2 Yield Stress:

7.2.1 The yield stress,  $\sigma_y$ , is to be taken from the maximum load in a uniaxial tensile test. The yield-stress test can

be performed in a constant stroke-rate uniaxial tensile test where the loading time to yield is within  $\pm 20\%$  of the actual loading time observed in the fracture test. The definition of yield stress is not identical to that found in Test Method D 638 which requires a zero slope to the stress-strain curve. If it is established that  $2.5 (K_Q/\sigma_y)^2$  is substantially less than the specimen thickness employed, then a correspondingly smaller specimen can be used.

7.2.2 Yielding in tensile tests in most polymers can be achieved by carefully polishing the specimen sides. If yielding does not occur and brittle fracture is observed, the stress at fracture may be used in the criteria to give a conservative size value.

7.2.3 If a tensile test cannot be performed, then an alternative method is to use 0.7 times the compressive yield stress.

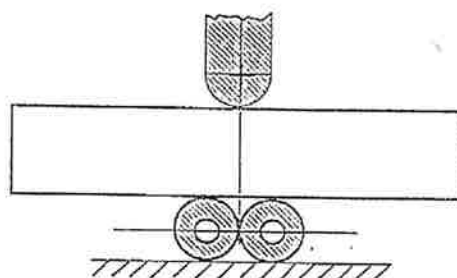
7.2.4 If the form of the available material is such that it is not possible to obtain a specimen with both crack length and thickness greater than  $2.5 (K_{Ic}/\sigma_y)^2$ , it is not possible to make a valid  $K_{Ic}(G_{Ic})$  measurement according to these test methods.

7.2.5 The test method employed for determining yield stress, as mentioned in 7.2.1 through 7.2.4, must be reported.

### 7.3 Specimen Configurations:

7.3.1 *Standard Specimens*—The configurations of the two

#### a) Single edge notch bend



#### b) Compact Tension

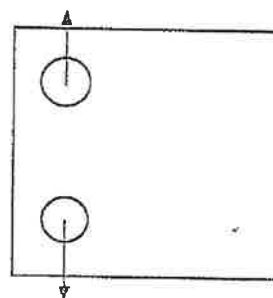


FIG. 3 Arrangements for Finding Indentation Displacement

geometries are shown in Fig. 2(a) (SENB) and Fig. 2(b) (CT), which are taken from Annexes A3 and A4, respectively, of Test Method E 399. The crack length,  $a$  (crack prenotch plus razor notch), is nominally equal to the thickness,  $B$ , and is between 0.45 and 0.55 times the width,  $W$ . The ratio  $W/B$  is nominally equal to two.

**7.3.2 Alternative Specimens**—In certain cases it may be desirable to use specimens having  $W/B$  ratios other than two. Alternative proportions for bend specimens are  $2 < W/B < 4$ . This alternative shall have the same  $a/W$  and  $S/W$  ratios as the standard specimens ( $S$  = support span).

**7.3.3 Displacement Correction Specimens**—Separately prepared unnotched specimen configurations for the determination of the displacement correction mentioned in 9.2 are shown in Fig. 3(a) for SENB and in Fig. 3(b) for CT configurations, respectively.

#### 7.4 Specimen Preparation:

**7.4.1** Initially, prepare a sharp notch by machining. Subsequently, initiate a natural crack by inserting a fresh razor blade and tapping. If a natural crack cannot be successfully initiated by tapping, a sufficiently sharp crack can alternatively be generated by sliding or sawing a new razor blade across the notch root. The procedure is given in 7.4.1.1 through 7.4.1.5.

**7.4.1.1** Machine or saw a sharp notch in the specimen and generate a natural crack by tapping on a fresh razor blade placed in the notch.

**7.4.1.2** The depth of the natural crack generated by tapping must be at least two times longer than the width of the sawed-in slot or the machined notch tip radius (notch diagram in Fig. 2 is not to scale).

**7.4.1.3** If a natural crack cannot be successfully generated, either because the specimen fractures during tapping, as in some brittle materials, or because a crack cannot be seen, as in some tough materials, then a fresh razor blade can be slid in one motion, or with a sawing motion across the machined notch.

**7.4.1.4** The depth of the razor notch generated by sliding a razor blade must be two times longer than the width of the sawed-in slot or of the pre-notch tip radius (the notch diagram in Fig. 2 is not to scale).

**NOTE 2**—Pressing the blade into the notch is not recommended for more ductile resins because it may induce residual stresses at the crack tip which can give an artificially high value of  $K_{Ic}$ .

**7.4.1.5** The total depth of the notch obtained by machining and generation of the natural crack is the crack length,  $a$ .

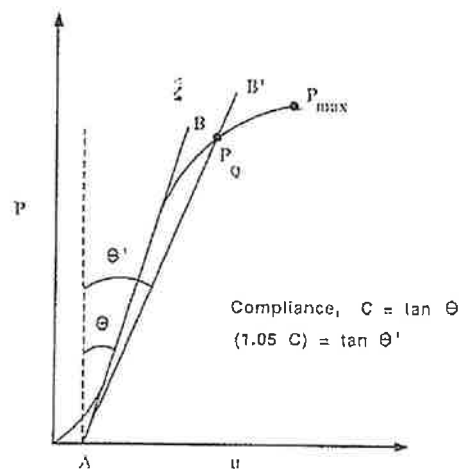
### 8. General Procedure

**8.1 Number of Tests**—It is recommended that at least three replicate tests be made for each material condition.

**8.2 Specimen Measurement**—Specimen dimensions shall conform to those shown in Fig. 2(a, b). Three fundamental measurements are necessary for the calculation of  $K_{Ic}$  and  $G_{Ic}$ , namely, the thickness,  $B$ , the crack length,  $a$ , and the width  $W$ .

**8.2.1** Measure the thickness,  $B$ , to 0.1 % accuracy at not less than three positions. The average of these three measurements should be recorded as  $B$ .

**8.2.2** Measure the crack length  $a$ , after fracture to the nearest 0.5 % accuracy at the following three positions: at the



NOTE—C is the inverse slope of line AB.

FIG. 4 Determination of  $C$  and  $P_Q$

center of the crack front, and the end of the crack front on each surface of the specimen. Use the average of these three measurements as the crack length,  $a$ .

**8.2.3** Measure the width,  $W$ , to within 0.1 % as described in the annex appropriate to the specimen type being tested.

#### 8.3 Loading Rate:

**8.3.1** Since plastics are viscoelastic materials, it is necessary to specify both the temperature and time scale under which the result was obtained. As a basic test condition it is recommended that a temperature of 23°C, and a crosshead rate of  $1.67 \times 10^{-4}$  m/s (10 mm/min) be used. Both loading rate and loading time should be noted on the report form.

**NOTE 3**—If it is not possible to obtain valid results at 23°C, it is often possible to do so by decreasing the temperature which usually does not change  $K_{Ic}$  greatly but increases the yield stress, rendering the fracture more brittle.

**8.3.2** It is recommended that speeds greater than 1 m/s or loading times less than 1 ms should be avoided because of the risk of dynamic effects causing errors.

**8.4 Loading**—The test is performed and the load versus loading-point displacement curve obtained. In the ideal case this is a linear diagram with an abrupt drop of load to zero at the instant of crack growth initiation. In some cases this occurs and  $P_Q$  can be found from the maximum load.

**8.5 Load-Displacement Area**—A procedure for determining  $G_{Ic}$  is included in 9.3. This requires an accurate integration of the load versus loading point displacement curve, which necessitates an accurate displacement determination using a displacement transducer. A cross check on the accuracy of  $G_{Ic}$  is provided through a corrected compliance.

### 9. Calculation and Interpretation of Results

**9.1 Interpretation of Test Record and Calculation of  $K_{Ic}$** —In order to establish that a valid  $K_{Ic}$  has been determined, it is first necessary to calculate a conditional result,  $K_{Qc}$ , which involves a construction on the test record, and to then determine whether this result is consistent with the size of the specimen according to 9.1.3. The procedure is given in 9.1.1 through 9.1.5.

9.1  
in Fig.  
initial  
of lin  
5 % g  
the sp  
and (  
(AB)  
and th  
P<sub>Q</sub> in  
test is

9.1.  
Anne  
For th  
length  
fractur  
testing  
the sh  
care th  
slow g

9.1.  
Calcul  
7.2.1.  
the cra  
K<sub>Ic</sub> O

NOTE  
will resu  
a) will r  
effect n  
unpredic

9.1.4  
2B and  
simulta  
in that  
a) has  
ligamer  
linearity  
possible  
ratios.

9.1.5  
either 9  
larger s  
larger s  
generall  
specime

9.2 D  
Make a  
loading-  
tain G<sub>Ic</sub>  
versus l<sub>c</sub>

9.2.1  
ment, u  
u<sub>Q</sub>(P), is  
as show  
samples  
determin  
corrected  
for both  
9.2.2 )  
linear ca  
recorded

9.1.1 Load the specimen and obtain a diagram as shown in Fig. 4. Draw a best straight line (AB) to determine the initial compliance,  $C$ .  $C$  is given by the reciprocal of the slope of line (AB). Draw a second line (AB') with a compliance 5 % greater than that of line (AB). If the maximum load that the specimen was able to sustain,  $P_{max}$ , falls within lines (AB) and (AB'), use  $P_{max}$  to calculate  $K_Q$ . If  $P_{max}$  falls outside line (AB) and line (AB'), then use the intersection of line (AB') and the load curve as  $P_Q$ . Furthermore, if  $P_{max}/P_Q < 1.1$ , use  $P_Q$  in the calculation of  $K_Q$ . However, if  $P_{max}/P_Q > 1.1$ , the test is invalid.

9.1.2 Calculate  $K_Q$  according to the procedure given in Annex A1, (A1.5) for SENB, and Annex A2, (A2.5), for CT. For this calculation, a value of  $a$ , which is the total crack length after both notching and pre-cracking, but before fracture, is best determined from the fracture surface after testing. An average value is used, but the difference between the shortest and longest length should not exceed 10 %. Take care that it is the original crack which is being observed, since slow growth can occur prior to catastrophic fast fracture.

§ 3 Check the validity of  $K_Q$  via the size criteria. Calculate  $2.5 (K_Q/\sigma_y)^2$  where  $\sigma_y$  is the yield stress discussed in 7.2.1. If this quantity is less than the specimen thickness,  $B$ , the crack length,  $a$ , and the ligament ( $W - a$ ),  $K_Q$  is equal to  $K_{Ic}$ . Otherwise the test is not a valid  $K_{Ic}$  test.

NOTE 4—Note that use of a specimen with too small a thickness,  $B$ , will result in  $K_Q$  being higher than the true  $K_{Ic}$  value while a small ( $W - a$ ) will result in a  $K_Q$  value that is lower than the true  $K_{Ic}$  value. The net effect may be close to the correct  $K_{Ic}$  but unfortunately in an unpredictable way, since the dependence on  $B$  cannot be quantified.

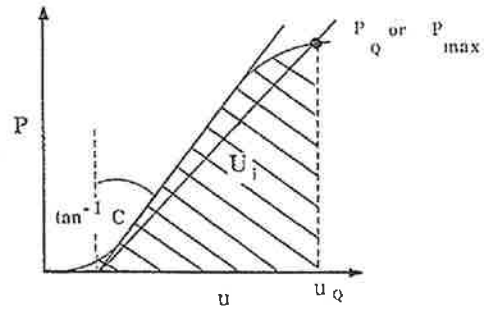
9.1.4 For the recommended specimen dimensions of  $W = 2B$  and  $a/W = 0.5$ , all the relationships of 9.1.3 are satisfied simultaneously. In fact, the criterion covers two limitations in that  $B$  must be sufficient to ensure plane strain, but ( $W - a$ ) has to be sufficient to avoid excessive plasticity in the ligament. If ( $W - a$ ) is too small the test will often violate the linearity criteria. If the linearity criterion is violated, a possible option is to increase  $W$  for the same  $a/W$  and  $S/W$  ratios. Values of  $W/B$  of up to 4 are permitted.

9.1.5 If the test result fails to meet the requirements in either 9.1.1 or 9.1.3, or both, it will be necessary to use a larger specimen to determine  $K_Q$ . The dimensions of the larger specimen can be estimated on the basis of  $K_Q$ , but generally must be increased to 1.5 times those of the specimen that failed to produce a valid  $K_{Ic}$  value.

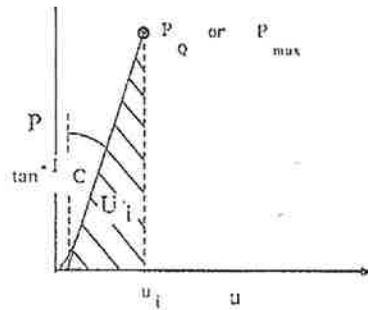
9.2 Displacement Correction for Calculation of  $G_Q$ —Make a displacement correction for system compliance, loading-pin penetration, and sample compression, then obtain  $G_{Ic}$  from the energy derived from integration of the load versus load-point displacement curve.

9.2.1 The procedure for obtaining the corrected displacement,  $u_c(P)$ , at load  $P$  from the measured displacement,  $u_Q(P)$ , is as follows: Use an uncracked calibration specimen, as shown in Fig. 3(a) for SENB samples and Fig. 3(b) for CT samples as mentioned in 7.3.3. Load these specimens and determine the load-displacement curve, giving  $u_Q(P)$ . The corrected displacement is then given as  $u_c(P) = u_Q(P) - u_i(P)$  for both the SENB and CT geometries.

9.2.2 In practice, a displacement-correction curve that is linear can usually be obtained (up to the maximum loads recorded in the fracture test), and this simplifies the displacement correction.



a) LOAD - DEFLECTION IN FRACTURE TEST



b) LOAD - DEFLECTION IN INDENTATION

FIG. 5 Method of Correcting for Indentation

ment correction to be applied to the fracture test. Initial non-linearity due to penetration of the loading pins into the specimen should occur during both the calibration test and the actual fracture test. Linearization of the near-zero correction data and the fracture test data can compensate for this initial non-linearity.

9.2.3 The displacement correction must be performed for each material and at each test temperature or rate. Polymers are generally temperature- and rate-sensitive and the degree of loading-pin penetration and sample compression can vary with changes in these variables.

9.2.4 The indentation tests should be performed in such a way that the loading times are the same as the fracture tests. Since the indentations are stiffer, this will involve lower rates to reach the same loads.

9.3 Calculation of  $G_Q$ —In principle,  $G_{Ic}$  can be obtained from

$$G_{Ic} = \frac{(1 - \nu^2)K_{Ic}^2}{E} \quad (2)$$

but for plastics,  $E$  must be obtained at the same time and temperature conditions as the fracture test because of viscoelastic effects. Many uncertainties are introduced by this procedure and it is considered preferable to determine  $G_{Ic}$  directly from the energy derived from integration of the load versus displacement curve up to the same load point as used for  $K_{Ic}$  and shown in Fig. 5(a, b).

9.3.1 The energy must be corrected for system compli-

TABLE 1A CALIBRATION FACTORS SENB<sup>A</sup> S/W = 4

a/W	f(x)	φ	ψ	η <sub>e</sub>
0.450	9.14	0.274	45.8	2.00
0.455	9.27	0.272	46.7	2.00
0.460	9.41	0.269	47.6	2.01
0.465	9.55	0.266	48.5	2.01
0.470	9.70	0.263	49.5	2.02
0.475	9.85	0.260	50.4	2.02
0.480	10.00	0.257	51.4	2.03
0.485	10.16	0.254	52.5	2.03
0.490	10.32	0.252	53.5	2.03
0.495	10.48	0.249	54.7	2.03
0.500	10.65	0.246	55.8	2.03
0.505	10.82	0.243	57.0	2.03
0.510	10.99	0.241	58.2	2.04
0.515	11.17	0.238	59.4	2.04
0.520	11.36	0.236	60.7	2.04
0.525	11.54	0.233	62.1	2.04
0.530	11.74	0.230	63.5	2.04
0.535	11.94	0.228	64.9	2.04
0.540	12.14	0.225	66.4	2.04
0.545	12.35	0.223	67.9	2.04
0.550	12.56	0.220	69.5	2.05

<sup>A</sup> Values calculated using A. Bakker, Compatibility Compliance and Stress Intensity Expressions for the Standard Three-Point Bend Specimens. Paper submitted for publication in *International Journal of Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* (March 1989).

TABLE 1B CALIBRATION FACTORS COMPACT TENSION<sup>B</sup>

a/W	f(x)	φ	ψ	η <sub>e</sub>
0.450	8.34	0.208	28.9	2.64
0.455	8.45	0.207	29.6	2.63
0.460	8.57	0.207	30.4	2.61
0.465	8.70	0.206	31.1	2.60
0.470	8.83	0.205	31.9	2.58
0.475	8.96	0.204	32.7	2.57
0.480	9.09	0.203	33.5	2.56
0.485	9.23	0.202	34.4	2.54
0.490	9.36	0.201	35.3	2.53
0.495	9.51	0.200	35.3	2.53
0.500	9.65	0.199	37.1	2.51
0.505	9.81	0.198	38.0	2.50
0.510	9.96	0.197	39.0	2.49
0.515	10.12	0.196	40.0	2.48
0.520	10.28	0.194	41.1	2.47
0.525	10.45	0.193	42.1	2.46
0.530	10.62	0.192	43.3	2.45
0.535	10.80	0.190	44.4	2.44
0.540	10.98	0.189	45.6	2.43
0.545	11.17	0.188	46.8	2.42
0.550	11.36	0.186	48.1	2.41

<sup>B</sup> Values calculated using J. A. Knapp, G. S. Leger and B. Gross, *Fracture Mechanics Sixteenth Symposium, ASTM, STP 868*, 19, pp. 27-44.

ance, loading-pin penetration, and sample compression. This is done by correcting the measured displacement values, as shown in Fig. 5(a, b). Accordingly, if complete linearity is obtained, one form of the integration for energy is as  $U = \frac{1}{2}P_Q[u_Q - u_i]$ , where  $P_Q$  is defined in 9.1.1.

9.3.2 Alternatively, it is possible to use the integrated areas from the measured curve,  $U_Q$ , of Fig. 5(a) and indentation curves,  $U_i$ , of Fig. 5(b) according to the following:

$$U = U_Q - U_i \quad (3)$$

9.3.3 Calculate  $G_Q$  from  $U$  according to the procedure given in Annex A1 (A1.6) for SENB, and in Annex A2 (A2.6) for CT.

9.3.4 A useful cross check on accuracy may be made using the tensile modulus,  $E$ , and Poisson's ratio,  $\nu$ ,  $E/(1 - \nu^2)$

TABLE 2 Testing Summary

Fracture Test Parameters	
Testing laboratory	
Materials/orientation	
Specimen geometry	
Test temperature, °C	
Loading rate, m/sec	
Notching method	
Specimen number	
Width (W), mm	
Crack length from 7.2.2, mm	
$P_{max}$ , N	
$P_{max}$ loading rate, sec	
$P_Q$ , N	
$P_Q$ loading time, sec	
Stable or unstable growth	
$K_{Ic}$ , MPa m <sup>1/2</sup>	
Uncorrected energy, J	
Corrected energy, J	
$G_{Ic}$ , kJ/m <sup>2</sup>	
Tensile Test Parameters	
$\sigma_y$ , MPa	
$\sigma_y$ loading time, sec	
Validity Checks	
$P_{max}/P_Q$	
$2.5 (K_{Ic}/\sigma_y)^2$	
$E/(1 - \nu^2)$ via $C$ , MPa	
$E/(1 - \nu^2)$ via $K_{Ic}^2/G_{Ic}$ , MPa	

TABLE 3 Precision Statistics from Round-Robin Study According to Practice E 691

Material <sup>A</sup>	ave.	$S_e$	$S_r$	$S_R$	$r$	$R$
A	4.34	0.652	0.235	0.679	0.658	1.90
B	5.70	1.420	0.618	1.510	1.730	4.23
C	3.60	0.692	0.343	0.747	0.960	2.09
D	5.90	1.950	0.944	2.100	2.640	7.39

<sup>A</sup> Material A is values of  $K_{Ic}$  for nylon. Material B is values of  $G_{Ic}$  for nylon. Material C is values of  $K_{Ic}$  for polycarbonate. Material D is values of  $G_{Ic}$  for polycarbonate. Units for all columns are as follows:  $K_{Ic}$  in units of MPa m<sup>1/2</sup>,  $G_{Ic}$  in units of kJ/m<sup>2</sup>.

can be found from the corrected compliance,  $C_c$ , using

$$[E/(1 - \nu^2)] BC_c = 2f^2\phi = \Psi \quad (4)$$

in SENB. The factors  $f$ ,  $\phi$ , and  $\Psi$  are given in Tables 1A and 1B for the two geometries. This value of  $E/(1 - \nu^2)$  may be compared with that obtained from  $K_{Ic}^2/G_{Ic}$ . The former value should be the larger, but the difference should be <15 %. The corrected compliance,  $C_c$ , is obtained from the measured compliance in the fracture test,  $C_Q$ , and the compliance from the indentation test,  $C_i$ , according to

$$C_c = C_Q - C_i \quad \text{for SENB, CT} \quad (5)$$

## 10. Report

10.1 List the information required to perform the test and the results obtained in the form of a table. The form to use is provided in Table 2.

## 11. Precision and Bias

11.1 Table 3 is based on a round robin conducted in 1988 in accordance with Practice E 691, involving four materials tested by nine laboratories. For each material, all the samples were prepared at one source, but the individual specimens were prepared at the laboratories which tested them. Each test result was the average of three individual determinations.

Each la

Note 11.2.3) a approxi not be ri data are other lo method generate specific be valid

11.2 calcula results inform 11.2 same n

A1.1

A1. notch span. gener shown

A1. These equal A1. specif Section

A1.3

A1. bend- design supp speci the s plane but a the s (such A1 tails c speci of th

A1.4

A1 width the s respe

Each laboratory obtained one test result for each material.

**NOTE 5**—The following explanations of  $r$  and  $R$  (11.2 through 11.2.3) are only intended to present a meaningful way of considering the approximate precision of this test method. The data in Table 3 should not be rigorously applied to acceptance or rejection of material, as those data are specific to the round robin and may not be representative of other lots, conditions, materials, or laboratories. Users of this test method should apply the principles outlined in Practice E 691 to generate the data specific to their laboratory and materials, or between specific laboratories. The principles of 11.2 through 11.2.3 would then be valid for such data.

**11.2 Concept of  $r$  and  $R$** —If  $S_r$  and  $S_R$  have been calculated from a large enough body of data, and for test results that were averages from testing three specimens, the information in 11.2.1 through 11.2.3 applies.

**11.2.1 Repeatability,  $r$**  (comparing two test results for the same material, obtained by the same operator using the same

equipment on the same day)—The two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the  $r$  value for that material.

**11.2.2 Reproducibility,  $R$**  (comparing two test results for the same material, obtained by different operators using different equipment on the same day)—The two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the  $R$  value for that material.

**11.2.3** Any judgement in accordance with 11.2.1 or 11.2.2 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

**11.3 Bias**—There are no recognized standards by which to estimate bias of these test methods.

## 12. Keywords

12.1 critical-strain energy release rate; energy-to-break; fracture toughness; plane-strain fracture toughness

## ANNEXES

### (Mandatory Information)

#### A1. SPECIAL REQUIREMENTS FOR THE TESTING OF SINGLE-EDGE NOTCH-BEND SPECIMENS

##### A1.1 Specimen

**A1.1.1** The standard bend specimen is a single edge-notched beam loaded in three-point bending with a support span,  $S$ , nominally equal to four times the width,  $W$ . The general proportions of this specimen configuration are shown in Fig. 2(a).

**A1.1.2** Alternative specimens may have  $2 < W/B < 4$ . These specimens shall also have a nominal support span  $S$ , equal to  $S = 4W$ .

**A1.2 Specimen Preparation**—For generally applicable specifications concerning specimen size and preparation see Section 7.1.

##### A1.3 Apparatus

**A1.3.1 Bend-Test Fixture**—The general principles of the bend-test fixture are illustrated in Fig. 1(a). This fixture is designed to minimize frictional effects by allowing the support rollers to rotate and move apart slightly as the specimen is loaded, thus permitting rolling contact. Thus, the support rollers are allowed limited motion along the plane surfaces parallel to the notched side of the specimen, but are initially positively positioned against stops that set the span length and are held in place by low-tension springs (such as rubber bands).

**A1.3.2 Displacement Gage**—For generally applicable details concerning the displacement gage, see 6.2. For the bend specimen the displacements will be essentially independent of the gage length up to a gage length of  $W/2$ .

##### A1.4 Procedure

**A1.4.1 Measurement**—For a bend specimen measure the  $S$ ,  $W$ , and the crack length,  $a$ , from the notched side of the specimen to the opposite side and to the crack front, respectively.

**A1.4.1.1** For general requirements concerning specimen preparation see 7.4.

**A1.4.2 Bend Specimen Testing**—Set up the test fixture so that the line of action of the applied load shall pass midway between the support roll centers within 1 % of the distance between these centers. Measure the span,  $S$ , to within 0.5 % of nominal length. Locate the specimen with the crack tip midway between the rolls within 1 % of the span, and square to the roll axes within 2°.

**A1.4.2.1** Load the specimen at a rate of 10 mm/min, as suggested in 8.3.1.

**NOTE A1.1**—A loading rate of 12.5 mm/min (0.5 in./min) may be used if this is the only rate available.

##### A1.5 Calculation

**A1.5.1 Interpretation of Test Record**—For general requirements and procedures in interpretation of the test record, see 9.1.

**A1.5.2 Validity Requirements**—For a description of the validity requirements in terms of limitations on  $P_{max}/P_Q$  and the specimen size requirements, see 9.1.1.

**A1.5.3 Calculations of  $K_Q$** —For the bend specimen calculate  $K_Q$  in units of  $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  as follows:

$$K_Q = (P_Q S / B W^{3/2}) f(x)$$

where ( $0 < x < 1$ ):

$$f(x) = 3/2x^{1/2} \frac{[1.99 - x(1-x)(2.15 - 3.93x + 2.7x^2)]}{(1 + 2x)(1-x)^{3/2}} \quad (\text{A1.1})$$

and:

$P_Q$  = load as determined in 9.1.1, kN.

$B$  = specimen thickness as determined in 8.2.1, cm.

$S$  = span as determined in A1.4.2, cm.

$W$  = specimen depth (width) as determined in 8.2.3, cm, and

$a$  = crack length as determined in 8.2.2, cm.



$$x = a/W$$

Tabulated values of  $f(x)$  are given in Table 1A.

NOTE A1.2—The expression in A1.5.3 is considered to be accurate within  $\pm 0.5\%$  over the entire range of  $x$  from 0 to 1 for an  $S/W = 4$  (6).

A1.6 Calculation of  $G_Q$ —For the bend specimens calculate  $G_Q$  in units of  $\text{kJ/m}^2$  from the corrected energy,  $U$ , as follows:

$$G_Q = U/(BW\phi) \quad \text{or} \quad G_Q = \eta_c U/[B(W-a)] \quad (\text{A1.2})$$

Values of  $\eta_c$  are given in Table 1A. The energy calibration factor,  $\phi$ , is defined as:

$$\phi = C/[dC/d(A/W)] \quad (\text{A1.3})$$

and may be computed from:

$$\phi = \frac{A + 18.64}{dA/dx} \quad (\text{A1.4})$$

where  $A = [16x^2/(1-x)^2][8.9 - 33.717x + 79.616x^2 - 112.952x^3 + 84.815x^4 - 25.672x^5]$

$$dA/dx = [16x^2/(1-x)^2][-33.717 + 159.232x - 338.856x^2 + 339.26x^3 - 128.36x^4 + 16[8.9 - 33.717x + 79.616x^2 - 112.952x^3 + 84.815x^4 - 25.672x^5] \{2x(1-x) + 2x^2/(1-x)^3\}]$$

Values of  $\phi$  are given in Table 1A.

(1) Brown  
ness  
410,  
(2) "Fra  
381,  
(3) Sraw  
AST  
tionc

## A2. SPECIAL REQUIREMENTS FOR THE TESTING OF COMPACT-TENSION SPECIMENS

### A2.1 Specimen

A2.1.1 The standard compact-tension specimen is a single edge-notched plate loaded in tension. The general proportions of this specimen configuration are shown in Fig. 2(b).

A2.1.2 Alternative specimens may have  $2 \leq W/B \leq 4$  but with no change in other proportions.

### A2.2 Specimen Preparation

A2.2.1 For generally applicable specifications concerning specimen size and preparation, see 7.1.

### A2.3 Apparatus

A2.3.1 *Tension-Testing Clevis*—A loading clevis suitable for testing compact tension specimens is shown in Fig. 1(b). Both ends of the specimen are held in such a clevis and loaded through pins in order to permit rotation of the specimen during testing. In order to provide rolling contact between the loading pins and the clevis holes, these holes are provided with small flats on the loading surfaces. Other clevis designs may be used if it can be demonstrated that they will accomplish the same result as the design shown.

A2.3.1.1 The critical tolerances and suggested proportions of the clevis and pins are given in Fig. 1(b). These proportions are based on specimens having  $W/B = 2$  for  $B > 12.7$  mm and  $W/B = 4$  for  $B < 12.7$  mm.

A2.3.1.2 Careful attention should be given to achieving as good alignment as possible through careful machining of all auxiliary gripping fixtures.

### A2.4 Procedure

A2.4.1 *Measurement*—For a compact-tension specimen measure the width,  $W$ , and the crack length,  $a$ , from the plane of the centerline of the loading holes (the notched edge is a convenient reference line, but the distance from the centerline of the holes to the notched edge must be subtracted to determine  $W$  and  $a$ ). Measure the width,  $W$ , to the nearest 0.025 mm, at not less than three positions near the notch location, and record the average value.

A2.4.1.1 For general requirements concerning specimen preparation see 7.4.

A2.4.2 *Compact-Tension-Specimen Testing*—When assembling the loading train (clevises and their attachments to the tensile machine) care should be taken to minimize eccentricity of loading due to misalignments external to the

clevises. To obtain satisfactory alignment keep the centerline of the upper and lower loading rods coincident within 0.76 mm during the test and center the specimen with respect to the clevis opening within 0.76 mm.

A2.4.2.1 Load the compact-tension-specimen at a rate as specified in 8.3.1.

### A2.5 Calculation

A2.5.1 For general requirements and procedures in interpretation of the test record see 9.1.

A2.5.2 For a description of the validity requirements in terms of limitations on  $P_{\max}/P_Q$  and the specimen-size requirements see 9.1.

A2.5.3 *Calculations of  $K_Q$* —For the compact-tension specimen calculate  $K_Q$  in units of  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  from the following expression (see Note A2.1).

$$K_Q = (P_Q/BW^{1/2}) f(x) \quad (\text{A2.1})$$

where  $(0.2 < x < 0.8)$ :

$$f(x) = \frac{(2+x)(0.886 + 4.64x - 13.32x^2 + 14.72x^3 - 5.6x^4)}{(1-x)^{3/2}}$$

where:

$P_Q$  = load as determined in 9.1.1, kN.

$B$  = specimen thickness as determined in 8.2.1, cm.

$W$  = specimen width as determined in A2.4.1, cm.

$a$  = crack length as determined in 8.2.2, cm, and

$x = a/W$ .

Values of  $f(x)$  are given in Table 1B.

NOTE A2.1—The expression in A2.5.3 is considered to be accurate within  $\pm 0.65\%$  over the range of  $a/W$  from 0.2 to 1 (6).

A2.6 *Calculation of  $G_Q$* —For the compact tension specimen calculate  $G_Q$  in units of  $\text{kJ/m}^2$  from the corrected energy,  $U$ , as follows:

$$G_Q = U/(BW\phi) \quad \text{or} \quad G_Q = \eta_c U/[B(W-a)] \quad (\text{A2.2})$$

The energy-calibration factor,  $\phi$ , may be computed from

$$\phi = \frac{(1.9118 + 19.118x - 2.5122x^2 - 23.226x^3 + 20.54x^4)(1-x)}{(19.118 - 5.0244x - 69.678x^2 + 82.16x^3)(1-x) + 2(1.9118 + 19.118x - 2.5122x^2 - 23.226x^3 + 20.54x^4)}$$

Values of  $\phi$  and  $\eta_c$  are given in Table 1B.

# REFERENCES

Brown, W. F., Jr., and Srawley, J. E., "Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials," *ASTM STP 410*, ASTM, 1966, p. 1.  
 "Fracture Toughness Testing and Its Applications," *ASTM STP 381*, ASTM, April 1965, p. 30.  
 Srawley, J. E., "Wide Range Stress Intensity Factor Expressions for ASTM E 399 Standard Fracture Toughness Specimens," *International Journal of Fracture Mechanics*, Vol 12, June 1976, p. 475.

- (4) Newman, J. C., "Stress Analysis of Compact Specimens Including the Effects of Pin Loading," *ASTM STP 560*, ASTM, 1974, p. 105.
- (5) Williams, J. G., "Fracture Mechanics of Polymers," Ellis Horwood/Wiley, 1985.
- (6) Towers, O. L., "Stress Intensity Factors, Compliances and Elastic  $n_c$  Factors for Six Test Geometries," *The Welding Institute*, March 1981.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.





# INTERNATIONAL STANDARD

**ISO  
180**

Third edition  
2000-12-15

---

## **Plastics — Determination of Izod impact strength**

*Plastiques — Détermination de la résistance au choc Izod*



Reference number  
ISO 180:2000(E)

© ISO 2000

**PDF disclaimer**

This PDF file may contain embedded typefaces. In accordance with Adobe's licensing policy, this file may be printed or viewed but shall not be edited unless the typefaces which are embedded are licensed to and installed on the computer performing the editing. In downloading this file, parties accept therein the responsibility of not infringing Adobe's licensing policy. The ISO Central Secretariat accepts no liability in this area.

Adobe is a trademark of Adobe Systems Incorporated.

Details of the software products used to create this PDF file can be found in the General Info relative to the file; the PDF-creation parameters were optimized for printing. Every care has been taken to ensure that the file is suitable for use by ISO member bodies. In the unlikely event that a problem relating to it is found, please inform the Central Secretariat at the address given below.

© ISO 2000

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either ISO at the address below or ISO's member body in the country of the requester.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Printed in Switzerland

## Contents

Page

Foreword.....	iv
1 Scope .....	1
2 Normative references .....	2
3 Terms and definitions .....	2
4 Principle.....	3
5 Apparatus .....	3
6 Test specimens .....	3
7 Procedure .....	7
8 Calculation and expression of results.....	7
9 Precision.....	8
10 Test report .....	8

## Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

International Standards are drafted in accordance with the rules given in the ISO/IEC Directives, Part 3.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. ISO shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard ISO 180 was prepared by Technical Committee ISO/TC 61, *Plastics*, Subcommittee SC 2, *Mechanical properties*.

This third edition cancels and replaces the second edition (ISO 180:1993), which has been technically revised.

## Plastics — Determination of Izod impact strength

### 1 Scope

**1.1** This International Standard specifies a method for determining the Izod impact strength of plastics under defined conditions. A number of different types of specimen and test configurations are defined. Different test parameters are specified according to the type of material, the type of test specimen and the type of notch.

**1.2** The method is used to investigate the behaviour of specified types of specimen under the impact conditions defined and for estimating the brittleness or toughness of specimens within the limitations inherent in the test conditions.

**1.3** The method is suitable for use with the following range of materials:

- rigid thermoplastic moulding and extrusion materials, including filled and reinforced compounds in addition to unfilled types; rigid thermoplastics sheets;
- rigid thermosetting moulding materials, including filled and reinforced compounds; rigid thermosetting sheets, including laminates;
- fibre-reinforced thermosetting and thermoplastic composites incorporating unidirectional or non-unidirectional reinforcements such as mat, woven fabrics, woven rovings, chopped strands, combination and hybrid reinforcements, rovings and milled fibres and sheet made from pre-impregnated materials (prepregs);
- thermotropic liquid-crystal polymers.

**1.4** The method is not normally suitable for use with rigid cellular materials and sandwich structures containing cellular material. Also, notched specimens are not normally used for long-fibre-reinforced composites or thermotropic liquid-crystal polymers.

**1.5** The method is suited to the use of specimens which may be either moulded to the chosen dimensions, machined from the central portion of a standard multipurpose test specimen (see ISO 3167) or machined from finished or semifinished products such as mouldings, laminates and extruded or cast sheet.

**1.6** The method specifies preferred dimensions for the test specimen. Tests which are carried out on specimens of different dimensions or with different notches, or specimens which are prepared under different conditions, may produce results which are not comparable. Other factors, such as the energy capacity of the apparatus, its impact velocity and the conditioning of the specimens can also influence the results. Consequently, when comparative data are required, these factors must be carefully controlled and recorded.

**1.7** The method should not be used as a source of data for design calculations. Information on the typical behaviour of a material can be obtained, however, by testing at different temperatures, by varying the notch radius and/or the thickness and by testing specimens prepared under different conditions.

## 2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. For dated references, subsequent amendments to, or revisions of, any of these publications do not apply. However, parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents indicated below. For undated references, the latest edition of the normative document referred to applies. Members of ISO and IEC maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 291:1997, *Plastics — Standard atmospheres for conditioning and testing*.

ISO 293:1986, *Plastics — Compression moulding test specimens of thermoplastic materials*.

ISO 294-1:1996, *Plastics — Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials — Part 1: General principles, and moulding of multipurpose and bar test specimens*.

ISO 295:1991, *Plastics — Compression moulding of test specimens of thermosetting materials*.

ISO 1268:1974<sup>1)</sup>, *Plastics — Preparation of glass fibre reinforced, resin bonded, low pressure laminated plates or panels for test purposes*.

ISO 2602:1980, *Statistical interpretation of test results — Estimation of the mean — Confidence interval*.

ISO 2818:1994, *Plastics — Preparation of test specimens by machining*.

ISO 3167:—<sup>2)</sup>, *Plastics — Multipurpose test specimens*.

ISO 10724-1:1998, *Plastics — Injection moulding of test specimens of thermosetting powder moulding compounds (PMCs) — Part 1: General principles and moulding of multipurpose test specimens*.

ISO 13802:1999, *Plastics — Verification of pendulum impact-testing machines — Charpy, Izod and tensile impact-testing*.

## 3 Terms and definitions

For the purposes of this International Standard, the following terms and definitions apply.

### 3.1

#### Izod unnotched impact strength

$a_{iU}$

impact energy absorbed in breaking an unnotched specimen, referred to the original cross-sectional area of the specimen

NOTE It is expressed in kilojoules per square metre (kJ/m<sup>2</sup>).

### 3.2

#### Izod notched impact strength

$a_{iN}$

impact energy absorbed in breaking a notched specimen, referred to the original cross-sectional area of the specimen at the notch, with the pendulum striking the face containing the notch

NOTE It is expressed in kilojoules per square metre (kJ/m<sup>2</sup>).

---

1) Under revision as a series of 11 parts.

2) To be published. (Revision of ISO 3167:1993)

**3.3****parallel impact****p**

(laminar-reinforced plastics) impact with the direction of blow parallel to the plane of reinforcement

NOTE The direction of the blow in the Izod test is usually "edgewise parallel" (ep) (see Figure 1).

**3.4****normal impact****n**

(laminar-reinforced plastics) impact with the direction of blow normal to the plane of reinforcement

NOTE This kind of impact is not usually used with the Izod test, but is indicated for the sake of completion (see also Figure 1).

**4 Principle**

The test specimen, supported as a vertical cantilever beam, is broken by a single impact of a striker, with the line of impact a fixed distance from the specimen clamp and, in the case of notched specimens, from the centreline of the notch (see Figure 2).

**5 Apparatus****5.1 Test machine**

5.1.1 The principles, characteristics and verification of suitable test machines are detailed in ISO 13802.

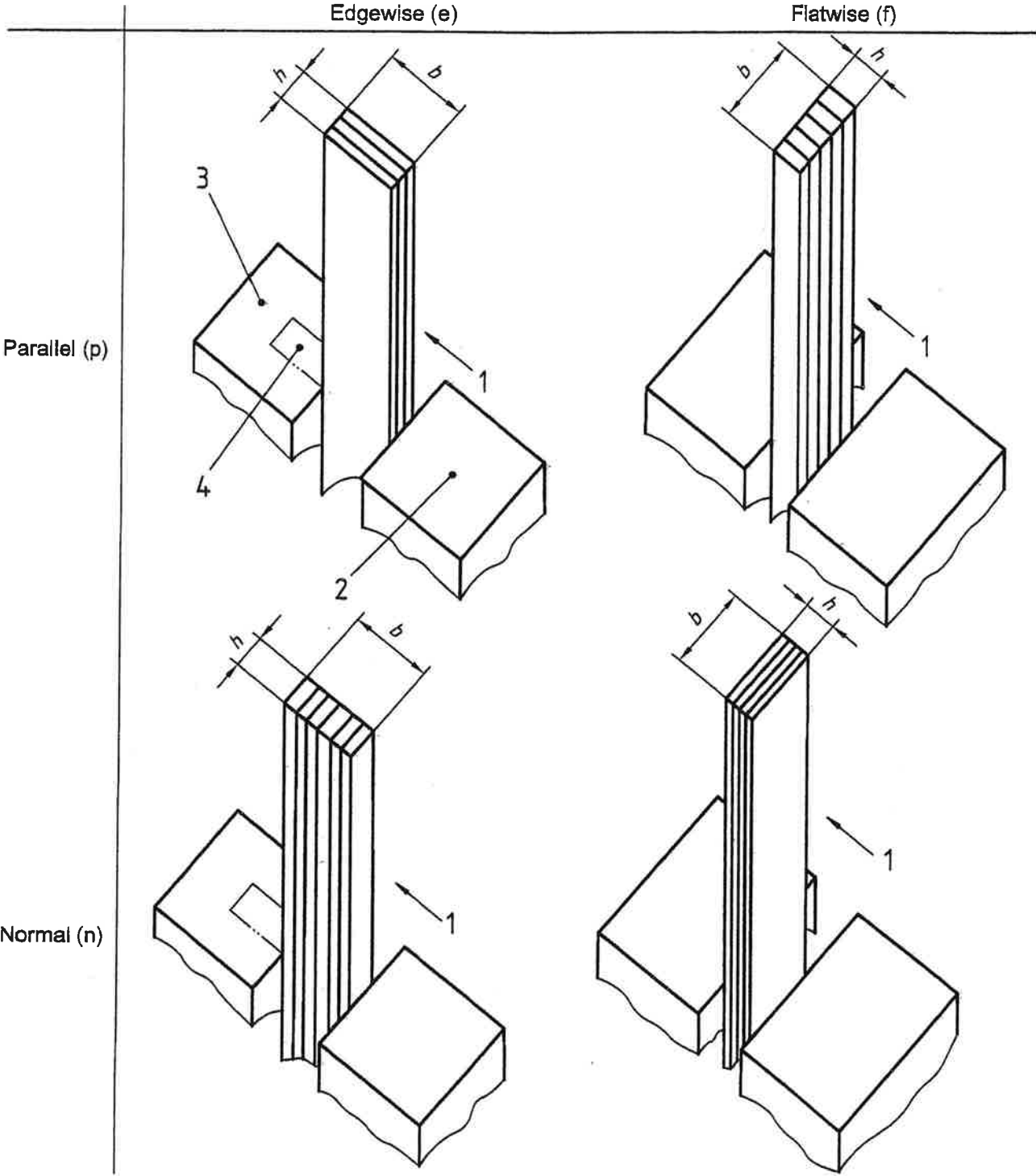
5.1.2 Some plastics are sensitive to clamping pressure. When testing such materials, a means of standardizing the clamping force shall be used and the clamping force shall be recorded in the test report. The clamping force can be controlled by using a calibrated torque wrench or a pneumatic or hydraulic device on the vice clamping screw.

**5.2 Micrometers and gauges**

Micrometers and gauges capable of measuring the essential dimensions of test specimens to an accuracy of 0,02 mm are required. For measuring the dimension  $b_N$  of notched specimens, the micrometer shall be fitted with an anvil of width 2 mm to 3 mm and of suitable profile to fit the shape of the notch.

**6 Test specimens****6.1 Preparation****6.1.1 Moulding and extrusion compounds**

Specimens shall be prepared in accordance with the relevant material specification. When none exists, and unless otherwise specified, specimens shall be either directly compression moulded or injection moulded from the material in accordance with ISO 293, ISO 294-1, ISO 295 or ISO 10724-1 as appropriate, or machined in accordance with ISO 2818 from sheet that has been compression or injection moulded from the compound. Specimens may also be cut from multipurpose test specimens complying with ISO 3167, type A.



- Key**
- |   |                   |   |                 |
|---|-------------------|---|-----------------|
| 1 | Direction of blow | 3 | Fixed vice jaw  |
| 2 | Movable vice jaw  | 4 | Optional groove |

Edgewise (e) and flatwise (f) indicate the direction of the blow with respect to the specimen thickness  $h$  and specimen width  $b$ . Normal (n) and parallel (p) indicate the direction of the blow with respect to the laminate plane.

The usual Izod test is "edgewise parallel". When  $h = b$ , parallel as well as normal impact testing is possible.

Figure 1 — Scheme of designations describing the direction of blow



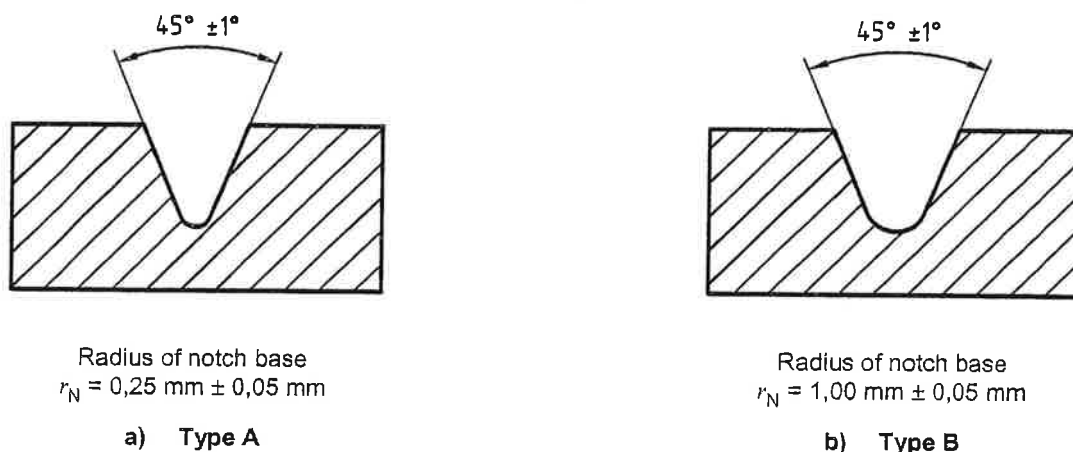


Figure 2 — Notch types

### 6.1.2 Sheets

Specimens shall be machined from sheets in accordance with ISO 2818. Whenever possible, specimens with notch A shall be used. The machined surface of unnotched specimens shall not be tested under tension.

### 6.1.3 Long-fibre-reinforced materials

A panel shall be prepared in accordance with ISO 1268 or another specified or agreed upon preparation procedure. Specimens shall be machined in accordance with ISO 2818.

### 6.1.4 Checking

The specimens shall be free of twist and shall have mutually perpendicular parallel surfaces. The surfaces and edges shall be free from scratches, pits, sink marks and flash.

The specimens shall be checked for conformity with these requirements by visual observation against straightedges, squares and flat plates, and by measuring with micrometer callipers.

Specimens showing measurable or observable departure from one or more of these requirements shall be rejected or machined to proper size and shape before testing.

### 6.1.5 Notching

**6.1.5.1** Machined notches shall be prepared in accordance with ISO 2818. The profile of the cutting tooth shall be such as to produce in the specimen a notch of the contour and depth shown in Figure 2, at right angles to its principal axes. The notch profile shall be checked at regular intervals.

**6.1.5.2** Specimens with moulded-in notches may be used if specified for the material being tested. Specimens with moulded-in notches do not give results comparable to those obtained from specimens with machined notches. The notch profile shall be checked at regular intervals.

## 6.2 Anisotropy

Certain types of sheet or panel material may show different impact properties depending on the direction in the plane of the sheet or panel. In such cases, it is customary to cut groups of test specimens with their major axes respectively parallel and perpendicular to the direction of some feature of the sheet or panel which is either visible or inferred from knowledge of the method of manufacture.

### 6.3 Shape and dimensions

#### 6.3.1 General

For the dimensions of the test specimen, see Table 1.

Where necessary with certain types of apparatus, the length may be shortened symmetrically to 63,5 mm.

The longitudinal direction of the notch is always parallel to the thickness  $h$ .

**Table 1 — Method designations, specimen types, notch types and notch dimensions**

Dimensions in millimetres

Method designation <sup>a,b</sup>	Specimen	Notch type <sup>a</sup>	Notch base radius, $r_N$	Remaining width, $b_N$ , at notch base
ISO 180/U	Length $l = 80 \pm 2$ Width $b = 10,0 \pm 0,2$ Thickness $h = 4,0 \pm 0,2$	Unnotched	—	—
ISO 180/A		A	$0,25 \pm 0,05$	$8,0 \pm 0,2$
ISO 180/B		B	$1,00 \pm 0,05$	
<sup>a</sup> If specimens are taken from sheet or products, the thickness $h$ of the sheet or product shall be added to the designation. Unreinforced specimens shall not be tested with their machined surface under tension.				
<sup>b</sup> If the sheet thickness $h$ equals the width $b$ , the direction of the blow (normal $n$ , or parallel $p$ ) shall be added to the designation.				

#### 6.3.2 Moulding and extrusion compounds

Test specimens with one of two different types of notch shall be used as specified in Table 1 and shown in Figure 2. The notch shall be located at the centre of the specimen.

The preferred type of notch is type A. If information on the notch sensitivity of the material is desired, specimens with notch types A and B shall be tested.

#### 6.3.3 Sheet materials, including long-fibre-reinforced materials

The recommended thickness  $h$  is 4 mm. If the specimen is cut from a sheet or a piece taken from a structure, the thickness of the specimen, up to 10,2 mm, shall be the same as the thickness of the sheet or the structure.

Specimens taken from pieces thicker than 10,2 mm shall be machined to  $10 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$  from one surface, providing that the sheet is homogeneous in its thickness and contains only one type of reinforcement uniformly distributed. If unnotched specimens are tested, the original surface shall be tested under tension, in order to avoid surface effects.

Specimens shall be tested edgewise parallel, with the exception of specimens with  $h = b = 10 \text{ mm}$  which can be tested parallel or normal to the laminate plane (see Figure 1).

### 6.4 Number of test specimens

**6.4.1** Unless otherwise specified in the standard for the material being tested, a set consisting of 10 specimens shall be tested. When the coefficient of variation (see ISO 2602) has a value of less than 5 %, a minimum number of five test specimens is sufficient.

**6.4.2** If laminates are tested in the normal and parallel directions, 10 specimens shall be used for each direction.

## 6.5 Conditioning

Unless otherwise specified in the standard for the material under test, the specimens shall be conditioned for at least 16 h at 23 °C and 50 % relative humidity in accordance with ISO 291, unless other conditions are agreed upon by the interested parties. In the case of notched specimens, the conditioning time is after notching.

## 7 Procedure

7.1 Conduct the test in the same atmosphere as that used for conditioning, unless otherwise agreed upon by the interested parties, e.g. for testing at high or low temperatures.

7.2 Measure the thickness  $h$  and width  $b$  of each test specimen, in the centre, to the nearest 0,02 mm. In the case of notched specimens, carefully measure the remaining width  $b_N$  to the nearest 0,02 mm.

In the case of injection-moulded specimens, it is not necessary to measure the dimensions of each specimen. It is sufficient to measure one specimen from a set to make sure that the dimensions correspond to those in Table 1. With multiple-cavity moulds, ensure that the dimensions of the specimens are the same for each cavity.

7.3 Check that the impact machine is able to perform the test with the specified velocity of impact and that it is in the correct range of absorbed energy  $W$  which shall be between 10 % and 80 % of the available energy at impact,  $E$ . If more than one of the pendulums conform to these requirements, the pendulum having the highest energy shall be used.

7.4 Determine the frictional losses and correct the absorbed energy in accordance with ISO 13802.

7.5 Lift the pendulum to the prescribed height and support it. Place the specimen in the vice and clamp it as shown in Figure 1, in accordance with 5.1.2. When determining the notched Izod impact strength, the notch shall be positioned on the side that is to be struck by the striking edge of the pendulum.

7.6 Release the pendulum. Record the impact energy absorbed by the specimen and apply any necessary corrections for frictional losses, etc. (see 7.4).

7.7 Four types of break designated by the following code-letters may occur:

- C complete break: a break in which the specimen separates into two or more pieces
- H hinge break: an incomplete break such that both parts of the specimen are held together only by a thin peripheral layer in the form of a hinge having low residual stiffness
- P partial break: an incomplete break that does not meet the definition for hinge break
- N non-break: there is no break, and the specimen is only bent and pushed through the support blocks, possibly combined with stress whitening

## 8 Calculation and expression of results

### 8.1 Unnotched specimens

Calculate the Izod impact strength of unnotched specimens,  $a_{IU}$ , expressed in kilojoules per square metre, using the following equation:

$$a_{IU} = \frac{E_c}{h \cdot b} \times 10^3 \quad (1)$$

where

$E_c$  is the corrected energy, in joules, absorbed by breaking the test specimen;

$h$  is the thickness, in millimetres, of the test specimen;

$b$  is the width, in millimetres, of the test specimen.

## 8.2 Notched specimens

Calculate the Izod impact strength of notched specimens,  $a_{iN}$ , expressed in kilojoules per square metre, with notches A or B, using the following equation:

$$a_{iN} = \frac{E_c}{h \cdot b_N} \times 10^3 \quad (2)$$

where

$E_c$  is the corrected energy, in joules, absorbed by breaking the test specimen;

$h$  is the thickness, in millimetres, of the test specimen;

$b_N$  is the remaining width, in millimetres, of the test specimen.

## 8.3 Statistical parameters

Calculate the arithmetic mean of test results and the standard deviation of the mean value, if required, using the procedure given in ISO 2602. For different types of failure within one sample, the relevant numbers of specimens shall be given and mean values shall be calculated.

## 8.4 Significant figures

Report all calculated mean values to two significant figures.

## 9 Precision

The precision of this method is not known because interlaboratory data are not available. When interlaboratory data are obtained, a precision statement will be added at the following revision.

## 10 Test report

The test report shall include the following information:

- a) a reference to this International Standard;
- b) the method used, designated in accordance with Table 1, for example:

Izod impact test	ISO 180/A
Type of notch (see Figure 2)	_____

- c) all information necessary for identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code, grade and history, where these are known;
- d) a description of the nature and form of the material, i.e. whether a product, semifinished product, test plate or specimen, including principal dimensions, shape, method of manufacture, etc., where these are known;
- e) the velocity of impact;

- f) the nominal pendulum energy;
- g) the clamping pressure, if applicable (see 5.1.2);
- h) the method of test specimen preparation;
- i) if the material is in the form of a product or a semifinished product, the orientation of the test specimen in relation to the product or semifinished product from which it was cut;
- j) the number of specimens tested;
- k) the standard atmosphere used for conditioning and testing, plus any special conditioning treatment if required by the standard for the material or product;
- l) the type(s) of failure observed;
- m) the individual test results, presented as follows (see also Table 2):
  - 1) group the results according to the three basic types of failure:
    - C complete break, including hinge break H
    - P partial break
    - N non-break
  - 2) select the most frequent type and record the mean value  $\bar{x}$  of the impact strength for this type of failure, followed by the letter C or P for the type of failure,
  - 3) if the most frequent failure type is N, record the letter N only,
  - 4) add (between brackets) the letter C, P or N for the second most frequent failure type, but only if its frequency is higher than 1/3 (if not relevant, insert an asterisk);
- n) the standard deviations of the mean values, if required;
- o) the date(s) of the test.

Table 2 — Presentation of results

C	Type of failure		Designation
	P	N	
$\bar{x}$	*	*	$\bar{x}C^*$
$\bar{x}$	(P)	*	$\bar{x}C(P)$
$\bar{x}$	*	(N)	$\bar{x}C(N)$
*	$\bar{x}$	*	$\bar{x}P^*$
(C)	$\bar{x}$	*	$\bar{x}P(C)$
*	$\bar{x}$	(N)	$\bar{x}P(N)$
*	*	N	$N^*$
(C)	*	N	$N(C)$
*	(P)	N	$N(P)$
$\bar{x}$ Mean value of impact strength for most frequent failure type, excluding type N. C, P or N Most frequent failure type. (C), (P) or (N) Second most frequent failure type, to be recorded only if its frequency is higher than 1/3. * Not relevant.			

# INTERNATIONAL STANDARD



178

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION · МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ · ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Plastics — Determination of flexural properties of rigid plastics

*Matières plastiques — Détermination des caractéristiques de flexion des matières plastiques rigides*

Second edition — 1975-12-01

Tämä on copyright-oikeuden haltijan luvalla Suomen Standardisoimisliiton valmistama jäljennös alkuperäisestä standardista. Luvaton jäljentäminen on kielletty.

UDC 678.5/.8 : 620.17

Ref. No. ISO 178-1975 (E)

Descriptors : plastics, tests, mechanical tests, bend tests.

Price based on 5 pages

## FOREWORD

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards institutes (ISO Member Bodies). The work of developing International Standards is carried out through ISO Technical Committees. Every Member Body interested in a subject for which a Technical Committee has been set up has the right to be represented on that Committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work.

Draft International Standards adopted by the Technical Committees are circulated to the Member Bodies for approval before their acceptance as International Standards by the ISO Council.

International Standard ISO 178-1975 was drawn up by Technical Committee ISO/TC 61, *Plastics*. It is the result of the incorporation of draft International Standard ISO/DIS 2127 into International Standard ISO 178-1972.

International Standard ISO 178 (originally ISO/DIS 1674) was approved in January 1969 by the Member Bodies of the following countries :

Australia	India	Romania
Belgium	Iran	South Africa, Rep. of
Brazil	Israel	Spain
Canada	Italy	Sweden
Czechoslovakia	Japan	Switzerland
Egypt, Arab Rep. of	Korea, Rep. of	Turkey
Germany	Netherlands	United Kingdom
Greece	New Zealand	U.S.A.
Hungary	Poland	

The Member Body of the following country expressed disapproval of the document on technical grounds :

France

Draft International Standard ISO/DIS 2127, relating to the determination of flexural properties of textile glass reinforced plastics, was submitted in March 1971 to the Member Bodies and approved by the Member Bodies of the following countries :

Australia	India	South Africa, Rep. of
Austria	Ireland	Spain
Belgium	Israel	Sweden
Canada	Italy	Thailand
Czechoslovakia	Japan	Turkey
Egypt, Arab Rep. of	Netherlands	United Kingdom
France	New Zealand	U.S.A.
Germany	Poland	U.S.S.R.
Hungary	Portugal	Yugoslavia

The Member Body of the following country expressed disapproval of the document on technical grounds :

Romania

This second edition cancels and replaces the first edition (i.e. ISO 178-1972).



# Plastics — Determination of flexural properties of rigid plastics

## 1 SCOPE AND FIELD OF APPLICATION

This International Standard specifies a method for the determination of flexural properties of rigid non-reinforced and fibre-reinforced plastic materials, in the form of rectangular bars of standard or non-standard dimensions, moulded directly or cut from sheets or other shapes. It applies only to a simple, freely supported beam, loaded at mid-span (three-point loading test<sup>1)</sup>). The following properties may be determined using the method described.

1.1 The flexural stress and the deflection at rupture of materials that break before, or at, the conventional deflection.

1.2 The flexural stress at the conventional deflection of materials that do not break before, or at, the conventional deflection.

1.3 The flexural stress at maximum load for materials that show maximum load before, or at, the conventional deflection.

1.4 The flexural stress at rupture or at maximum load; when the conventional deflection is exceeded, if so required by the material specification.

1.5 Optional: the apparent modulus of elasticity in flexure (modulus of elasticity determined by flexure test).

NOTE — The modulus of elasticity in flexure is to be considered only as an approximate value of Young's modulus of elasticity.

## 2 REFERENCE

ISO/R 291, *Plastics — Standard atmospheres for conditioning and testing*.

## 3 DEFINITIONS

For the purpose of this International Standard the following definitions apply:

3.1 deflection: The distance over which the top or bottom surface of the test piece at mid-span has deviated during flexure from its original position.

3.2 flexural stress at a given time of the test: The maximum outer fibre stress of the material in the section of the test piece at mid-span. It is calculated according to the relationship given in 7.1.

3.3 flexural stress at the conventional deflection: The flexural stress at a deflection equal to 1,5 times the thickness of the test piece.

3.4 flexural stress at maximum load: The flexural stress developed when the load reaches the first maximum.

3.5 flexural stress at rupture: The flexural stress developed at the moment of rupture.

## 4 APPARATUS

Standard testing machine, properly constructed and calibrated, which can be operated at an approximately constant rate,  $V$ , of relative movement of the loading nose and the supports, and in which the error for indicated loads does not exceed  $\pm 1\%$  and for indicated deflections does not exceed  $\pm 2\%$ .

NOTE — It is recommended that a machine be used which has less than 2 mm movement of the weighing mechanism for the full scale load.

The radius  $r_1$  of the loading nose and the radius  $r_2$  of the supports shall be as follows:

$$r_1 : 5 \pm 0,1 \text{ mm}$$

$$r_2 : 0,5 \pm 0,2 \text{ mm for thicknesses of the test piece up to and including 3 mm, and}$$

$$2 \pm 0,2 \text{ mm for thicknesses of the test piece over 3 mm (see figure 2).$$

The span shall be adjustable.

1) A method in which the load is applied by two loading noses (four-point loading test) allows measurement of a pure flexural stress in the middle part of the test piece. The compressive stresses due to the two central noses are much lower in comparison with the stresses induced under the one central loading nose of the three-point test. This International Standard does not cover the four-point loading test.

## 5 TEST PIECES

Prepare bars of rectangular cross-section as described in the appropriate International Standard on preparing test pieces<sup>1)</sup> or according to the specifications for the material to be tested.

### 5.1 Standard test pieces

The standard dimensions in millimetres shall be :

length  $l = 80$  or more  
width  $b = 10 \pm 0,5$   
thickness  $h = 4 \pm 0,2$

### 5.2 Other test pieces

When it is not possible or desirable to use the standard test piece, the following rules shall be observed, except as noted below :

- a) The length and thickness of the test piece shall be in the same ratio as in the standard test piece, that is :  
 $l \text{ min.} = 20 h$  *for  $h=3,1 \rightarrow L=62 \text{ mm}$*
- b) The width of the test piece may be any value between 10 and 25 mm except for materials with very coarse fillers for which the width shall be 20 to 50 mm.

NOTE — The preparation and dimensions of the test piece may be defined by the specification for the material. Alternatively, the values of width given in the tables below may be used :

#### Rigid non-reinforced plastics

Dimensions in millimetres

Nominal thickness $h$	Width $b$
$1 < h < 3$	25
$3 < h < 5$	10
$5 < h < 10$	15
$10 < h < 20$	20
$20 < h < 35$	35
$35 < h < 50$	50

#### Fibre-reinforced plastics

Dimensions in millimetres

Nominal thickness $h$	Width $b$
$1 < h < 10$	15
$10 < h < 20$	30
$20 < h < 35$	50
$35 < h < 50$	80

When very coarse textile glass fibre roving is used as the reinforcement, it may be necessary to increase the width of the test pieces.

### 5.3 Anisotropic materials

5.3.1 In the case of anisotropic materials, the test pieces shall be chosen so that the flexural stress in the test procedure will be applied in the same direction as that to which products (moulded articles, sheets, tubes, etc.) similar to those from which the test pieces are taken, will be subjected in service. The relationship of the test piece chosen to the application will determine the possibility or impossibility of using standard test pieces and, in the latter case, will govern the choice of the dimensions of the test pieces in accordance with 5.2. It should be noted that the position or orientation and the dimensions of the test pieces sometimes have a very significant influence on the test results. This is particularly true of laminates (see figure 1).

5.3.2 When the material shows a significant difference in flexural properties in two principal directions, it is to be tested in these two directions. If, because of the application, this material is subjected to stress at some specific orientation to the principal direction, it is desirable to test the material in that orientation.

### 5.4 Number of test pieces

5.4.1 At least five test pieces shall be tested.

5.4.2 The results from test pieces that break outside the central one-third of the span length shall be discarded and new test pieces shall be tested in their place.

### 5.5 Conditioning of test pieces

The test pieces shall be conditioned as required by the specification for the material. If no specification exists, condition the material in one of the standard atmospheres specified in ISO/R 291.

## 6 PROCEDURE

6.1 Carry out the test in one of the standard atmospheres specified in ISO/R 291.

6.2 Measure the width,  $b$ , of the test piece to the nearest 0,1 mm and the thickness,  $h$ , to the nearest 0,02 mm. Adjust the length of the span,  $L$ , to :

*Kannatimpist. välti*  
 $L = 15 h \text{ to } 17 h$   
 $15 \cdot 2,2 = 42$   
 $15 \cdot 3,1 = 46,5$   
 $17 \cdot 3,1 = 52,7$

Measure the length of the span to within 0,5 %.

NOTE — For very thick and unidirectional fibre-reinforced test pieces it may be necessary to use a distance between supports calculated on a higher ratio of  $L/h$  to avoid delamination in shear.

1) Test pieces of fibre reinforced plastics may be prepared as described in ISO 1268, *Plastics — Preparation of glass fibre reinforced, resin bonded, low-pressure laminated plates or panels for test purposes.*

For very thin test pieces, it may be necessary to use a distance between supports calculated on a lower value of  $L/h$  to enable measurements to be made within the load capacity of the testing machine.

6.3 For testing to a specification,  $V$  (relative rate of movement of the loading nose and supports) shall be as required in the specification for the material.

#### NOTES

- 1 If desired,  $V$  may be calculated as follows:

$$V = \frac{S_r L^2}{6h}$$

where

$V$  is the relative rate of movement of the loading nose and supports in millimetres per minute;

$S_r$  is the strain rate, per minute, 0,01 or as required by the material specification;

$L$  is the span length in millimetres;

$h$  is the thickness of the test piece in millimetres.

- 2 When there is no specification for the fibre-reinforced material to be tested, one or the other of the two following methods can be used:

Method A: for qualification testing of the material

$$\text{when } L/h = 16 \pm 1$$

$$V \text{ (mm/min)} = \frac{h}{2} \text{ (mm)}$$

Method B: for routine and screening tests

$$V = 10 \text{ mm/min}$$

6.4 Load the test piece as a simple beam at mid-span without impact (see figure 2).

6.5 If it is desired to measure the modulus of elasticity, read the load and the deflection values simultaneously sufficiently frequently so that a smooth load-deflection curve may be plotted.

6.6 For test pieces that rupture before, or at, the moment of reaching the conventional deflection (see 3.3), record the load and deflection at rupture.

6.7 For test pieces that do not rupture before, or at, the conventional deflection (see 3.3), record the load at the conventional deflection. Alternatively, if required by the material specification, continue the test without interruption beyond the conventional deflection, until rupture occurs or a maximum load is reached; record the load and deflection at whichever of these points is specified.

6.8 For test pieces that show maximum load before the conventional deflection is reached, record the maximum load and the corresponding deflection.

## 7 EXPRESSION OF RESULTS

7.1 The flexural stress  $\sigma_f$  at a load  $F$  is calculated, in megapascals<sup>1)</sup>, from the formula:

$$\sigma_f = \frac{M}{W}$$

where

$M$  is the flexural moment at load  $F$ , given by the formula:

$$M = \frac{FL}{4}$$

in which

$F$  is the applied load, in meganewtons,

$L$  is the span length in metres;

$W$  is the section modulus, in cubic metres.

For a rectangular section:

$$W = \frac{bh^2}{6}$$

and

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2}$$

#### NOTES

- 1 If  $M$  is expressed in newton millimetres and  $W$  in cubic millimetres,  $\sigma_f$  is obtained in N/mm<sup>2</sup>, numerically equal to MPa.

If  $M$  is expressed in kilogram-force millimetres, and  $W$  is in cubic millimetres,  $\sigma_f$  is obtained in kgf/mm<sup>2</sup>.

- 2 For a more accurate calculation of the flexural stress which takes into account the horizontal component of the flexural moment at deflection  $d$ , the following equation may be used:

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \left( 1 + \frac{4d^2}{L^2} \right)$$

where  $d$  is the deflection at mid-span in millimetres.

The other terms are as previously defined.

7.2 To calculate the apparent modulus of elasticity,  $E_b$ , in megapascals<sup>1)</sup>, a load-deflection curve is plotted using the data collected. The modulus of elasticity is determined from the initial linear portion of the load-deflection curve by using at least five values of the deflection and the load for the test piece,  $E_b$  is given by the following formula:

$$E_b = \frac{L^3}{4bh^3} \times \frac{F}{Y}$$

where

$E_b$  is the modulus of elasticity;

$L$  is the span length;

$Y = \text{tangent}$   
mm: m

1) 1 MPa  $\approx$  0,102 kgf/mm<sup>2</sup>

$b$  is the width of the test piece;

$h$  is the thickness of the test piece;

$F$  is the load at a chosen point on the initial linear portion of the load-deflection curve;

$Y$  is the deflection corresponding to load  $F$ .

If  $L$ ,  $b$ ,  $h$  and  $Y$  are in millimetres, and  $F$  is in newtons, then  $E_b$  is in  $\text{N/mm}^2$  which is numerically equal to  $\text{MPa}$ .

And if  $L$ ,  $b$ ,  $h$  and  $Y$  are in millimetres but  $F$  is in kilograms-force, then  $E_b$  is in  $\text{kgf/mm}^2$ .

### 7.3 Types of rupture

The calculated flexural stress is that which occurs at the surfaces of the test piece, assuming that the neutral axis is the middle of the thickness.

During a flexural test, three different types of breaks can occur :

- rupture due to tensile stresses;
- rupture due to compression stresses;
- rupture due to shear stresses.

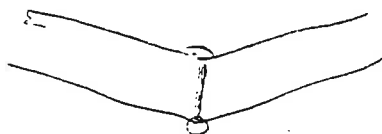
The type(s) of break which occur(s) must be indicated for each test piece.

If the types of rupture observed in testing a group of test pieces are different, then the values obtained for flexural stresses are statistically inhomogeneous. In such a case it is necessary to carry out a critical study of all the results and to examine with great care the arithmetic mean values and statistical deviations.

## 8 TEST REPORT

The test report may include some or all of the following particulars :

- brand, identification mark, origin, date of receipt and other pertinent data concerning the tested material;
- method of preparation of the test pieces;
- measured dimensions of the test pieces and the length of span used;
- when test pieces have ruptured,
  - flexural stress at rupture, the arithmetic mean and the standard deviation (see annex),
  - deflection at rupture, giving the arithmetic mean and the standard deviation,
  - the side of the test piece on which the loading nose was applied and the type of break for each test piece;
- when test pieces have not ruptured,
  - flexural stress at the conventional deflection, (see 3.3), and/or
  - flexural stress and deflection at the maximum load (see 3.4), giving the arithmetic mean and the standard deviation in each case;
  - the side of the test piece on which the loading nose was applied;
- optional : the load-deflection curve and the arithmetic mean value of apparent modulus of elasticity,  $E_b$ , together with the standard deviation of  $E_b$ ;
- conditioning procedures and laboratory conditions.



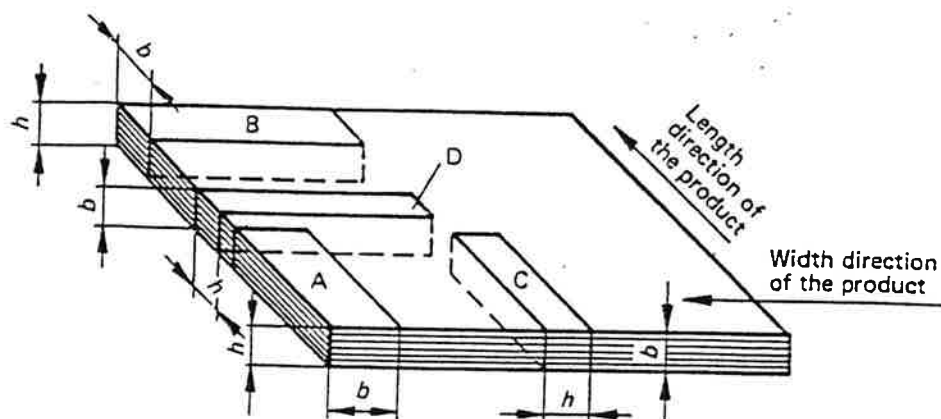


FIGURE 1 – Position of test piece in relation to length and width of sheet

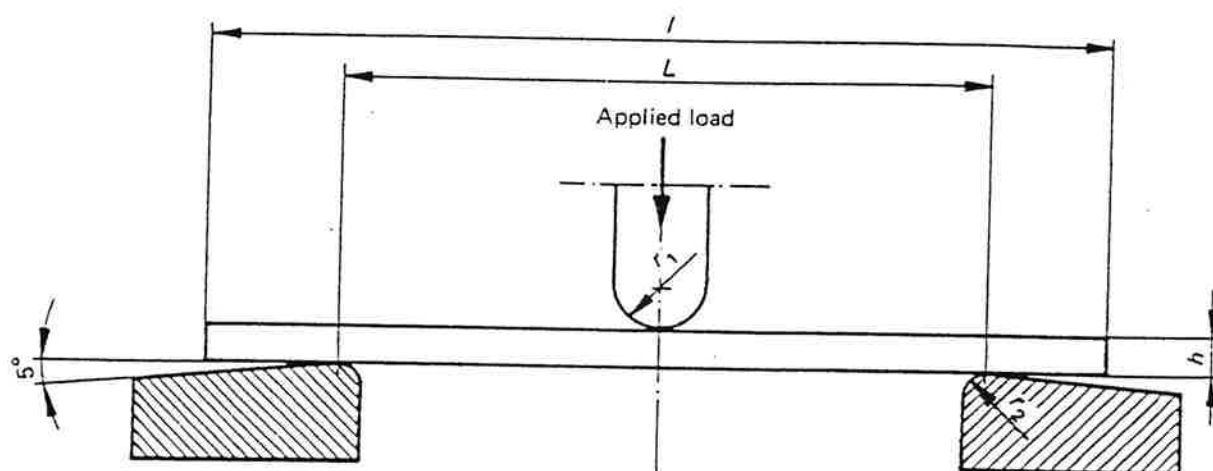


FIGURE 2 – Position of test piece during test

## ANNEX

## ESTIMATED VALUE OF STANDARD DEVIATION

The value of the standard deviation,  $S$ , is estimated from the formula :

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

where

$x$  is the value of a single observation;

$\bar{x}$  is the arithmetical mean of all  $n$  values of  $x$ ;

$n$  is the number of observations.



# Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 638; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*This test method has been approved for use by agencies of the Department of Defense. Consult the DoD Index of Specifications and Standards for the specific year of issue which has been adopted by the Department of Defense.*

## 1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the tensile properties of unreinforced and reinforced plastics in the form of standard dumbbell-shaped test specimens when tested under defined conditions of pretreatment, temperature, humidity, and testing machine speed.

1.2 This test method can be used for testing materials of any thickness up to 14 mm (0.55 in.). However, for testing specimens in the form of thin sheeting, including film less than 1.0 mm (0.04 in.) in thickness, Test Methods D 882 is the preferred test method. Materials with a thickness greater than 14 mm (0.55 in.) must be reduced by machining.

NOTE 1—This test method and ISO 527-1 are technically equivalent.

NOTE 2—A complete metric companion to Test Method D 638 has been developed—D 638M.

NOTE 3—This test method is not intended to cover precise physical procedures. It is recognized that the constant rate of crosshead movement type of test leaves much to be desired from a theoretical standpoint, that wide differences may exist between rate of crosshead movement and rate of strain between gage marks on the specimen, and that the testing speeds specified disguise important effects characteristic of materials in the plastic state. Further, it is realized that variations in the thicknesses of test specimens, which are permitted by these procedures, produce variations in the surface-volume ratios of such specimens, and that these variations may influence the test results. Hence, where directly

Special additional tests should be used where more precise physical data are needed.

NOTE 4—This test method may be used for testing phenolic molded resin or laminated materials. However, where these materials are used as electrical insulation, such materials should be tested in accordance with Test Methods D 229 and Test Method D 651.

NOTE 5—For tensile properties of resin-matrix composites reinforced with oriented continuous or discontinuous high modulus  $\geq 20$ -GPa ( $>3.0 \times 10^6$ -psi) fibers, tests shall be made in accordance with Test Method D 3039.

1.3 Test data obtained by this test method is relevant and appropriate for use in engineering design.

1.4 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D 20.10 on Mechanical Properties.

Current edition approved Oct. 10, 1995. Published December 1995. Originally published as D 638 - 41 T. Last previous edition D 638 - 94b.

This edition includes the addition of 1.3.

## 2. Referenced Documents

### 2.1 ASTM Standards:

- D 229 Test Methods for Rigid Sheet and Plate Materials Used for Electrical Insulation<sup>2</sup>
  - D 374 Test Methods for Thickness of Solid Electrical Insulation<sup>2</sup>
  - D 412 Test Methods for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Rubbers and Elastomers—Tension<sup>3</sup>
  - D 618 Practice for Conditioning Plastics and Electrical Insulating Materials for Testing<sup>4</sup>
  - D 638M Test Method for Tensile Properties of Plastics [Metric]<sup>4</sup>
  - D 651 Test Method for Tensile Strength of Molded Electrical Insulating Materials<sup>2</sup>
  - D 882 Test Methods for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting<sup>4</sup>
  - D 883 Terminology Relating to Plastics<sup>4</sup>
  - D 1822 Test Method for Tensile-Impact Energy to Break Plastics and Electrical Insulating Materials<sup>4</sup>
  - D 3039 Test Method for Tensile Properties of Fiber-Resin Composites<sup>5</sup>
  - D 4000 Classification System for Specifying Plastic Materials<sup>6</sup>
  - D 4066 Specification for Nylon Injection and Extrusion Materials (PA)<sup>7</sup>
  - E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines<sup>7</sup>
  - E 83 Practice for Verification and Classification of Extensometers<sup>7</sup>
  - E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>8</sup>
- ### 2.2 ISO Standard:
- ISO 527-1 Determination of Tensile Properties<sup>9</sup>

## 3. Terminology

3.1 *Definitions*—Definitions of terms applying to this test method appear in Terminology D 883 and ASTM A2.

## 4. Significance and Use

4.1 This test method is designed to produce tensile property data for the control and specification of plastic materials. These data are also useful for qualitative charac-

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 10.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 09.01.

<sup>4</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

<sup>5</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.03.

<sup>6</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.02.

<sup>7</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

<sup>8</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

<sup>9</sup> Available from American National Standards Institute, 11 W. 42nd St., 13th Floor, New York, NY 10036.

terization and for research and development. For many materials, there may be a specification that requires the use of this test method, but with some procedural modifications that take precedence when adhering to the specification. Therefore, it is advisable to refer to that material specification before using this test method. Table 1 in Classification D 4000 lists the ASTM materials standards that currently exist.

4.2 Tensile properties may vary with specimen preparation and with speed and environment of testing. Consequently, where precise comparative results are desired, these factors must be carefully controlled.

4.2.1 It is realized that a material cannot be tested without also testing the method of preparation of that material. Hence, when comparative tests of materials per se are desired, the greatest care must be exercised to ensure that all samples are prepared in exactly the same way, unless the test is to include the effects of sample preparation. Similarly, for referee purposes or comparisons within any given series of specimens, care must be taken to secure the maximum degree of uniformity in details of preparation, treatment, and handling.

4.3 Tensile properties may provide useful data for plastics engineering design purposes. However, because of the high degree of sensitivity exhibited by many plastics to rate of straining and environmental conditions, data obtained by this test method cannot be considered valid for applications involving load-time scales or environments widely different from those of this test method. In cases of such dissimilarity, no reliable estimation of the limit of usefulness can be made for most plastics. This sensitivity to rate of straining and environment necessitates testing over a broad load-time scale (including impact and creep) and range of environmental conditions if tensile properties are to suffice for engineering design purposes.

NOTE 6—Since the existence of a true elastic limit in plastics (as in many other organic materials and in many metals) is debatable, the propriety of applying the term "elastic modulus" in its quoted, generally accepted definition to describe the "stiffness" or "rigidity" of a plastic has been seriously questioned. The exact stress-strain characteristics of plastic materials are highly dependent on such factors as rate of application of stress, temperature, previous history of specimen, etc. However, stress-strain curves for plastics, determined as described in this test method, almost always show a linear region at low stresses, and a straight line drawn tangent to this portion of the curve permits calculation of an elastic modulus of the usually defined type. Such a constant is useful if its arbitrary nature and dependence on time, temperature, and similar factors are realized.

## 5. Apparatus

5.1 *Testing Machine*—A testing machine of the constant-rate-of-crosshead-movement type and comprising essentially the following:

5.1.1 *Fixed Member*—A fixed or essentially stationary member carrying one grip.

5.1.2 *Movable Member*—A movable member carrying a second grip.

5.1.3 *Grips*—Grips for holding the test specimen between the fixed member and the movable member of the testing machine can be either the fixed or self-aligning type.

5.1.3.1 Fixed grips are rigidly attached to the fixed and movable members of the testing machine. When this type of

grip is used extreme care should be taken to ensure that the test specimen is inserted and clamped so that the long axis of the test specimen coincides with the direction of pull through the center line of the grip assembly.

5.1.3.2 Self-aligning grips are attached to the fixed and movable members of the testing machine in such a manner that they will move freely into alignment as soon as any load is applied so that the long axis of the test specimen will coincide with the direction of the applied pull through the center line of the grip assembly. The specimens should be aligned as perfectly as possible with the direction of pull so that no rotary motion that may induce slippage will occur in the grips; there is a limit to the amount of misalignment self-aligning grips will accommodate.

5.1.3.3 The test specimen shall be held in such a way that slippage relative to the grips is prevented insofar as possible. Grip surfaces that are deeply scored or serrated with a pattern similar to those of a coarse single-cut file, serrations about 2.4 mm (0.09 in.) apart and about 1.6 mm (0.06 in.) deep, have been found satisfactory for most thermoplastics. Finer serrations have been found to be more satisfactory for harder plastics, such as the thermosetting materials. The serrations should be kept clean and sharp. Breaking in the grips may occur at times, even when deep serrations or abraded specimen surfaces are used; other techniques must be used in these cases. Other techniques that have been found useful, particularly with smooth-faced grips, are abrading that portion of the surface of the specimen that will be in the grips, and interposing thin pieces of abrasive cloth, abrasive paper, or plastic, or rubber-coated fabric, commonly called hospital sheeting, between the specimen and the grip surface. No. 80 double-sided abrasive paper has been found effective in many cases. An open-mesh fabric, in which the threads are coated with abrasive, has also been effective. Reducing the cross-sectional area of the specimen may also be effective. The use of special types of grips is sometimes necessary to eliminate slippage and breakage in the grips.

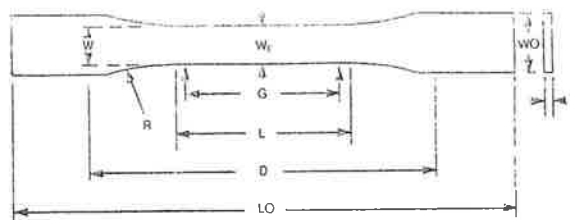
5.1.4 *Drive Mechanism*—A drive mechanism for imparting to the movable member a uniform, controlled velocity with respect to the stationary member, with this velocity to be regulated as specified in Section 9.

5.1.5 *Load Indicator*—A suitable load-indicating mechanism capable of showing the total tensile load carried by the test specimen when held by the grips. This mechanism shall be essentially free of inertia lag at the specified rate of testing and shall indicate the load with an accuracy of  $\pm 1\%$  of the indicated value, or better. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E 4.

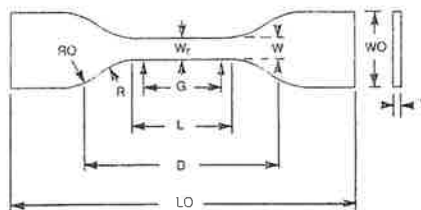
NOTE 7—Experience has shown that many testing machines now in use are incapable of maintaining accuracy for as long as the period between inspection recommended in Practices E 4. Hence, it is recommended that each machine be studied individually and verified as often as may be found necessary. It frequently will be necessary to perform this function daily.

5.1.6 The fixed member, movable member, drive mechanism, and grips shall be constructed of such materials and in such proportions that the total elastic longitudinal strain of the system constituted by these parts does not exceed 1% of the total longitudinal strain between the two gage marks on the test specimen at any time during the test and at any load up to the rated capacity of the machine.





TYPES I, II, III &amp; V



TYPE IV

Specimen Dimensions for Thickness,  $T$ , mm (in.)<sup>D</sup>

Dimensions (see drawings)	7 (0.28) or under		Over 7 to 14 (0.28 to 0.55), incl	4 (0.16) or under		Tolerances
	Type I	Type II		Type IV <sup>a</sup>	Type V <sup>f</sup>	
W—Width of narrow section <sup>A, B</sup>	13 (0.50)	6 (0.25)	19 (0.75)	6 (0.25)	3.18 (0.125)	±0.5 (±0.02) <sup>G, I</sup>
L—Length of narrow section	57 (2.25)	57 (2.25)	57 (2.25)	33 (1.30)	9.53 (0.375)	±0.5 (±0.02) <sup>I</sup>
W <sub>O</sub> —Width overall, min <sup>E</sup>	19 (0.75)	19 (0.75)	29 (1.13)	19 (0.75)	...	+6.4 (+0.25)
W <sub>O</sub> —Width overall, min <sup>E</sup>	...	...	...	...	9.53 (0.375)	+3.18 (+0.125)
L <sub>O</sub> —Length overall, min <sup>F</sup>	165 (6.5)	183 (7.2)	246 (9.7)	115 (4.5)	63.5 (2.5)	no max (no max)
G—Gage length <sup>C</sup>	50 (2.00)	50 (2.00)	50 (2.00)	...	7.62 (0.300)	+0.25 (±0.010) <sup>I</sup>
G—Gage length <sup>C</sup>	...	...	...	25 (1.00)	...	+0.13 (±0.005)
D—Distance between grips	115 (4.5)	135 (5.3)	115 (4.5)	65 (2.5) <sup>H</sup>	25.4 (1.0)	±5 (±0.2)
R—Radius of fillet	76 (3.00)	76 (3.00)	76 (3.00)	14 (0.56)	12.7 (0.5)	±1 (±0.04) <sup>I</sup>
R <sub>O</sub> —Outer radius (Type IV)	...	...	...	25 (1.00)	...	±1 (±0.04)

<sup>A</sup> The width at the center  $W_c$  shall be  $+0.00$  mm,  $-0.10$  mm ( $+0.000$  in.,  $-0.004$  in.) compared with width  $W$  at other parts of the reduced section. Any reduction in  $W$  at the center shall be gradual, equally on each side so that no abrupt changes in dimension result.

<sup>B</sup> For molded specimens, a draft of not over  $0.13$  mm ( $0.005$  in.) may be allowed for either Type I or II specimens  $3.2$  mm ( $0.13$  in.) in thickness, and this should be taken into account when calculating width of the specimen. Thus a typical section of a molded Type I specimen, having the maximum allowable draft, could be as follows:

<sup>C</sup> Test marks or initial extensometer span.

<sup>D</sup> Thickness,  $T$ , shall be  $3.2 \pm 0.4$  mm ( $0.13 \pm 0.02$  in.) for all types of molded specimens, and for other Types I and II specimens where possible. If specimens are machined from sheets or plates, thickness,  $T$ , may be the thickness of the sheet or plate provided this does not exceed the range stated for the intended specimen type.

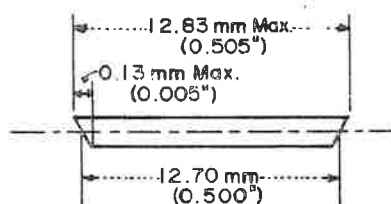
For sheets of nominal thickness greater than  $7$  mm ( $0.28$  in.), the specimens shall be machined to  $7.14 \pm 0.4$  mm ( $0.281 \pm 0.016$  in.) in thickness. For sheets of nominal thickness between  $14$  and  $51$  mm ( $0.55$  and  $2$  in.) approximately equal amounts shall be machined from each surface. For thicker sheets both surfaces of the specimen shall be machined and the location of the specimen with reference to the original thickness of the sheet, shall be noted. Tolerances on thickness less than  $14$  mm ( $0.55$  in.) shall be those standard for the grade of material tested.

<sup>E</sup> Overall widths greater than the minimum indicated may be desirable for some materials in order to avoid breaking in the grips.

<sup>F</sup> Overall lengths greater than the minimum indicated may be desirable either to avoid breaking in the grips or to satisfy special test requirements.

<sup>G</sup> For the Type IV specimen, the internal width of the narrow section of the die shall be  $6.00 \pm 0.05$  mm ( $0.250 \pm 0.002$  in.). The dimensions are essentially those of Die C in Test Methods D 412.

<sup>H</sup> When self-tightening grips are used, for highly extensible polymers, the distance between grips will depend upon the types of grips used and may not be critical if maintained uniform once chosen.



<sup>i</sup> The Type V specimen shall be machined or die cut to the dimensions shown, or molded in a mold whose cavity has these dimensions. The dimensions shall be:

- $W = 3.18 \pm 0.03$  mm ( $0.125 \pm 0.001$  in.),
- $L = 9.53 \pm 0.08$  mm ( $0.375 \pm 0.003$  in.),
- $G = 7.62 \pm 0.02$  mm ( $0.300 \pm 0.001$  in.), and
- $R = 12.7 \pm 0.08$  mm ( $0.500 \pm 0.003$  in.).

Other tolerances are those in the table.

<sup>j</sup> Supporting data on the introduction of the L specimen of Test Method D 1822 as the Type V specimen are available from ASTM Headquarters. Request RR:D 20-1333.

FIG. 1 Tension Test Specimens for Sheet, Plate, and Molded Plastics



**5.2 Extension Indicator (extensometer)**—A suitable instrument shall be used for determining the distance between two designated points within the gage length of the test specimen as the specimen is stretched. For referee purposes, the extensometer must be set at the full gage length of the specimen, as shown in Fig. 1. It is desirable, but not essential, that this instrument automatically record this distance, or any change in it, as a function of the load on the test specimen or of the elapsed time from the start of the test, or both. If only the latter is obtained, load-time data must also be taken. This instrument shall be essentially free of inertia at the specified speed of testing. Extensometers shall be classified and their calibration periodically verified in accordance with Practice E 83.

**5.2.1 Modulus-of-Elasticity Measurements**—For modulus-of-elasticity measurements, an extensometer with a maximum strain error of 0.0002 mm/mm (in./in.) that automatically and continuously records shall be used. A Class B-2 extensometer (Practice E 83) meets this requirement.

**5.2.2 Low-Extension Measurements**—For elongation-at-yield and low-extension measurements (nominally 20 % or less), the same above extensometer, attenuated to 20 % extension, may be used. In any case, the extensometer system must meet at least Class C (Practice E 83) requirements, which include a fixed strain error of 0.001 strain or  $\pm 1.0$  % of the indicated strain, whichever is greater.

**5.2.3 High-Extension Measurements**—For making measurements at elongations greater than 20 %, measuring techniques with error no greater than  $\pm 10$  % of the measured value are acceptable.

**5.3 Micrometers**—Suitable micrometers for measuring the width and thickness of the test specimen to an incremental discrimination of at least 0.025 mm (0.001 in.) shall be used. All width and thickness measurements of rigid and semirigid plastics may be measured with a hand micrometer with ratchet. A suitable instrument for measuring the thickness of nonrigid test specimens shall have: (1) a contact measuring pressure of  $25 \pm 2.5$  kPa ( $3.6 \pm 0.36$  psi), (2) a movable circular contact foot  $6.35 \pm 0.025$  mm ( $0.250 \pm 0.001$  in.) in diameter, and (3) a lower fixed anvil large enough to extend beyond the contact foot in all directions and being parallel to the contact foot within 0.005 mm (0.0002 in.) over the entire foot area. Flatness of foot and anvil shall conform to the portion of the Calibration section of Test Methods D 374, which addresses "flatness of surfaces of micrometers."

**5.3.1** An optional instrument equipped with a circular contact foot  $15.88 \pm 0.08$  mm ( $0.625 \pm 0.003$  in.) in diameter is recommended for thickness measuring of process samples or larger specimens at least 15.88 mm in minimum width.

## 6. Test Specimens

### 6.1 Sheet, Plate, and Molded Plastics

**6.1.1 Rigid and Semirigid Plastics**—The test specimen shall conform to the dimensions shown in Fig. 1. The Type I specimen is the preferred specimen and shall be used where sufficient material having a thickness of 7 mm (0.28 in.) or less is available. The Type II specimen may be used when a material does not break in the narrow section with the preferred Type I specimen. The Type V specimen shall be

used where only limited material having a thickness of 4 mm (0.16 in.) or less is available for evaluation, or where a large number of specimens are to be exposed in a limited space (thermal and environmental stability tests, etc.). The Type IV specimen should be used when direct comparisons are required between materials in different rigidity cases (that is, nonrigid and semirigid). The Type III specimen must be used for all materials with a thickness of greater than 7 mm (0.28 in.) but not more than 14 mm (0.55 in.).

**6.1.2 Nonrigid Plastics**—The test specimen shall conform to the dimensions shown in Fig. 1. The Type IV specimen shall be used for testing nonrigid plastics with a thickness of 4 mm (0.16 in.) or less. The Type III specimen must be used for all materials with a thickness greater than 7 mm (0.28 in.) but not more than 14 mm (0.55 in.).

**6.1.3 Reinforced Composites**—The test specimen for reinforced composites, including highly orthotropic laminates, shall conform to the dimensions of the Type I specimen shown in Fig. 1.

**6.1.4 Preparation**—Test specimens shall be prepared by machining operations, or die cutting, from materials in sheet, plate, slab, or similar form. Materials thicker than 14 mm (0.55 in.) must be machined to 14 mm (0.55 in.) for use as Type III specimens. Specimens can also be prepared by molding the material to be tested.

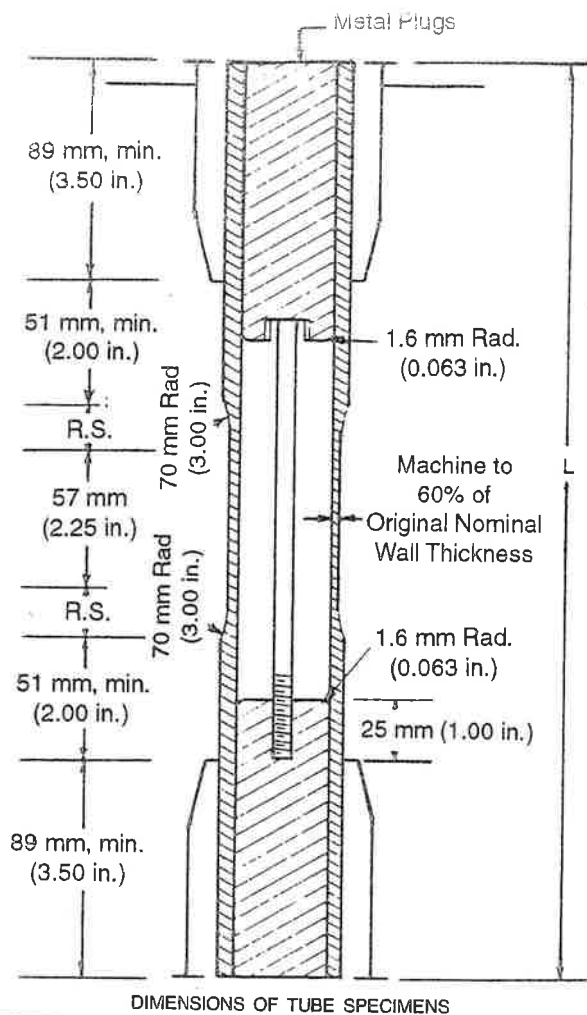
**NOTE 8**—Test results have shown that for some materials such as glass cloth, SMC, and BMC laminates, other specimen types should be considered to ensure breakage within the gage length of the specimen, as mandated by 8.3.

**NOTE 9**—When preparing specimens from certain composite laminates such as woven roving, or glass cloth, care must be exercised in cutting the specimens parallel to the reinforcement. The reinforcement will be significantly weakened by cutting on a bias, resulting in lower laminate properties, unless testing of specimens in a direction other than parallel with the reinforcement constitutes a valid engineering procedure.

**NOTE 10**—Specimens prepared by injection molding may have different tensile properties than specimens prepared by machining or die-cutting because of the orientation induced. This effect may be more pronounced in specimens with narrow sections.

**6.2 Rigid Tubes**—The test specimen for rigid tubes shall be as shown in Fig. 2. The length,  $L$ , shall be as shown in the table in Fig. 2. A groove shall be machined around the outside of the specimen at the center of its length so that the wall section after machining shall be 60 % of the original nominal wall thickness. This groove shall consist of a straight section 57.2 mm (2.25 in.) in length with a radius of 76 mm (3 in.) at each end joining it to the outside diameter. Steel or brass plugs having diameters such that they will fit snugly inside the tube and having a length equal to the full jaw length plus 25 mm (1 in.) shall be placed in the ends of the specimens to prevent crushing. They can be located conveniently in the tube by separating and supporting them on a threaded metal rod. Details of plugs and test assembly are shown in Fig. 2.

**6.3 Rigid Rods**—The test specimen for rigid rods shall be as shown in Fig. 3. The length,  $L$ , shall be as shown in the table in Fig. 3. A groove shall be machined around the specimen at the center of its length so that the diameter of the machined portion shall be 60 % of the original nominal diameter. This groove shall consist of a straight section 57.2 mm (2.25 in.) in length with a radius of 76 mm (3 in.) at each end joining it to the outside diameter.



DIMENSIONS OF TUBE SPECIMENS

Nominal Wall Thickness	Length of Radial Sections, R.S.	Total Calculated Minimum Length of Specimen	Standard Length, L, of Specimen to Be Used, Jaws <sup>A</sup>
mm (in.)			
0.79 (1/32)	13.9 (0.547)	350 (13.80)	381 (15)
1.2 (3/64)	17.0 (0.670)	354 (13.92)	381 (15)
1.6 (1/16)	19.6 (0.773)	356 (14.02)	381 (15)
2.4 (3/32)	24.0 (0.946)	361 (14.20)	381 (15)
3.2 (1/8)	27.7 (1.091)	364 (14.34)	381 (15)
4.8 (3/16)	33.9 (1.333)	370 (14.58)	381 (15)
6.4 (1/4)	39.0 (1.536)	376 (14.79)	400 (15.75)
7.9 (5/16)	43.5 (1.714)	380 (14.96)	400 (15.75)
9.5 (3/8)	47.6 (1.873)	384 (15.12)	400 (15.75)
11.1 (7/16)	51.3 (2.019)	388 (15.27)	400 (15.75)
12.7 (1/2)	54.7 (2.154)	391 (15.40)	419 (16.5)

<sup>A</sup> For other jaws greater than 89 mm (3.5 in.), the standard length shall be increased by twice the length of the jaws minus 178 mm (7 in.). The standard length permits a slippage of approximately 6.4 to 12.7 mm (0.25 to 0.50 in.) in each jaw while maintaining the maximum length of the jaw grip.

FIG. 2 Diagram Showing Location of Tube Tension Test Specimens in Testing Machine

6.4 All surfaces of the specimen shall be free of visible flaws, scratches, or imperfections. Marks left by coarse machining operation shall be carefully removed with a fine file or abrasive, and all filed surfaces shall then be smoothed with abrasive paper (No. 00 or finer). The finishing sanding strokes shall be made in a direction parallel to the long axis

of the test specimen. All flash shall be removed from a molded specimen, taking great care not to disturb the molded surfaces. In machining a specimen, undercuts that would exceed the dimensional tolerances shown in Fig. 1 shall be scrupulously avoided. Care shall also be taken to avoid other common machining errors.

6.5 If it is necessary to place gage marks on the specimen, this shall be done with a wax crayon or India ink that will not affect the material being tested. Gage marks shall not be scratched, punched, or impressed on the specimen.

6.6 When testing materials that are suspected of anisotropy, duplicate sets of test specimens shall be prepared, having their long axes respectively parallel with, and normal to, the suspected direction of anisotropy.

## 7. Conditioning

7.1 **Conditioning**—Condition the test specimens at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$ ) and  $50 \pm 5\%$  relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Practice D 618, for those tests where conditioning is required. In cases of disagreement, the tolerances shall be  $\pm 1^\circ\text{C}$  ( $1.8^\circ\text{F}$ ) and  $\pm 2\%$  relative humidity.

7.1.1 Note that for some hygroscopic materials, such as nylons, the material specifications (for example, Specification D 4066) call for testing "dry as-molded specimens." Such requirements take precedence over the above routine preconditioning to 50 % relative humidity and require sealing the specimens in water vapor-impermeable containers as soon as molded and not removing them until ready for testing.

7.2 **Test Conditions**—Conduct tests in the Standard Laboratory Atmosphere of  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$ ) and  $50 \pm 5\%$  relative humidity, unless otherwise specified in the test methods. In cases of disagreement, the tolerances shall be  $\pm 1^\circ\text{C}$  ( $1.8^\circ\text{F}$ ) and  $\pm 2\%$  relative humidity.

NOTE 11—The tensile properties of some plastics change rapidly with small changes in temperature. Since heat may be generated as a result of straining the specimen at high rates, conduct tests without forced cooling to ensure uniformity of test conditions. Measure the temperature in the reduced section of the specimen and record it for materials where self-heating is suspected.

## 8. Number of Test Specimens

8.1 Test at least five specimens for each sample in the case of isotropic materials.

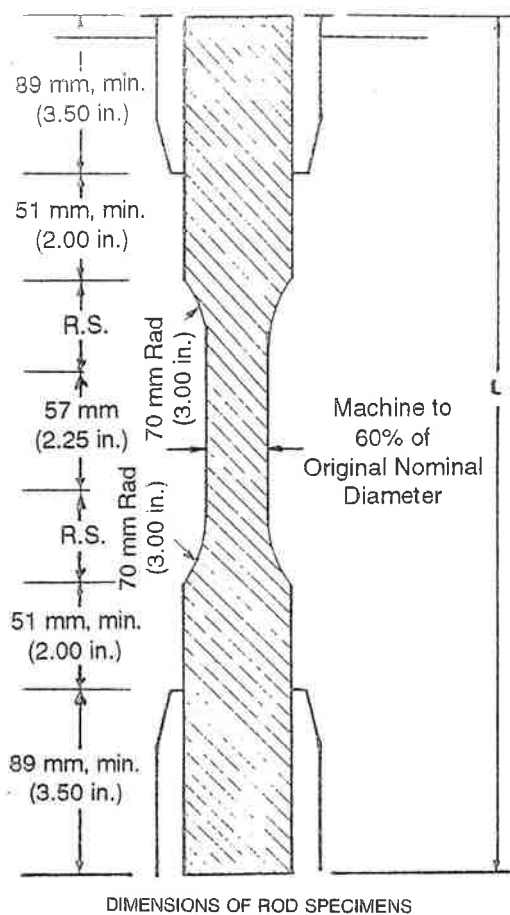
8.2 Test ten specimens, five normal to, and five parallel with, the principle axis of anisotropy, for each sample in the case of anisotropic materials.

8.3 Discard specimens that break at some obvious fortuitous flaw, or that do not break between the predetermined gage marks, and make retests, unless such flaws constitute a variable to be studied.

NOTE 12—Before testing, all transparent specimens should be inspected in a polariscope. Those which show atypical or concentrated strain patterns should be rejected, unless the effects of these residual strains constitute a variable to be studied.

## 9. Speed of Testing

9.1 Speed of testing shall be the relative rate of motion of the grips or test fixtures during the test. The rate of motion of the driven grip or fixture when the testing machine is running idle may be used, if it can be shown that the



DIMENSIONS OF ROD SPECIMENS

Nominal Diameter	Length of Radial Sections, 2R.S.	Total Calculated Minimum Length of Specimen	Standard Length, L, of Specimen to Be Used for 89-mm (9 1/2 in.) Jaws <sup>a</sup>
mm (in.)			
3.2 (1/8)	19.6 (0.773)	356 (14.02)	381 (15)
4.7 (3/16)	24.0 (0.946)	361 (14.20)	381 (15)
6.4 (1/4)	27.7 (1.091)	364 (14.34)	381 (15)
9.5 (3/8)	33.9 (1.333)	370 (14.58)	381 (15)
12.7 (1/2)	39.0 (1.536)	376 (14.79)	400 (15.75)
15.9 (5/8)	43.5 (1.714)	380 (14.96)	400 (15.75)
19.0 (3/4)	47.6 (1.873)	384 (15.12)	400 (15.75)
22.2 (7/8)	51.5 (2.019)	388 (15.27)	400 (15.75)
25.4 (1)	54.7 (2.154)	391 (15.40)	419 (16.5)
31.8 (1 1/4)	60.9 (2.398)	398 (15.65)	419 (16.5)
38.1 (1 1/2)	66.4 (2.615)	403 (15.87)	419 (16.5)
42.5 (1 3/4)	71.4 (2.812)	408 (16.06)	419 (16.5)
50.8 (2)	76.0 (2.993)	412 (16.24)	432 (17)

<sup>a</sup> For other jaws greater than 89 mm (3.5 in.), the standard length shall be increased by twice the length of the jaws minus 178 mm (7 in.). The standard length permits a slippage of approximately 6.4 to 12.7 mm (0.25 to 0.50 in.) in each jaw while maintaining the maximum length of the jaw grip.

FIG. 3 Diagram Showing Location of Rod Tension Test Specimen in Testing Machine

resulting speed of testing is within the limits of variation allowed.

9.2 Choose the speed of testing from Table 1. Determine this chosen speed of testing by the specification for the material being tested, or by agreement between those concerned. When the speed is not specified, use the lowest speed shown in Table 1 for the specimen geometry being used, which gives rupture within 1/2 to 5-min testing time.

9.3 Modulus determinations may be made at the speed selected for the other tensile properties when the recorder response and resolution are adequate.

## 10. Procedure

10.1 Measure the width and thickness of rigid flat specimens (Fig. 1) with a suitable micrometer to the nearest 0.025 mm (0.001 in.) at several points along their narrow sections. Measure the thickness of nonrigid specimens (produced by a Type IV die) in the same manner with the required dial micrometer. Take the width of this specimen as the distance between the cutting edges of the die in the narrow section. Measure the diameter of rod specimens, and the inside and outside diameters of tube specimens, to the nearest 0.025 mm (0.001 in.) at a minimum of two points 90° apart; make these measurements along the groove for specimens so constructed. Use plugs in testing tube specimens, as shown in Fig. 2.

10.2 Place the specimen in the grips of the testing machine, taking care to align the long axis of the specimen and the grips with an imaginary line joining the points of attachment of the grips to the machine. The distance between the ends of the gripping surfaces, when using flat specimens, shall be as indicated in Fig. 1. On tube and rod specimens, the location for the grips shall be as shown in Figs. 2 and 3. Tighten the grips evenly and firmly to the degree necessary to prevent slippage of the specimen during the test, but not to the point where the specimen would be crushed.

10.3 Attach the extension indicator. When modulus is being determined, the extension indicator must continuously record the distance the specimen is stretched (elongated) within the gage length as a function of the load through the initial (linear) portion of the load-elongation curve.

NOTE 13—Modulus of materials is determined from the slope of the linear portion of the stress-strain curve. For most plastics, this linear portion is very small, occurs very rapidly, and must be recorded automatically. The change in jaw separation is never to be used for calculating modulus or elongation.

10.4 Set the speed of testing at the proper rate as required in Section 9, and start the machine.

10.5 Record the load-extension curve of the specimen.

10.6 Record the load and extension at the yield point (if one exists) and the load and extension at the moment of rupture.

NOTE 14—If it is desired to measure both modulus and failure properties (yield or break, or both), it may be necessary, in the case of highly extensible materials, to run two independent tests. The high magnification extensometer normally used to determine properties up to the yield point may not be suitable for tests involving high extensibility. If allowed to remain attached to the specimen, the extensometer could be permanently damaged. A broad-range incremental extensometer or hand-rule technique may be needed when such materials are taken to rupture.

## 11. Calculation

11.1 *Tensile Strength*—Calculate the tensile strength by dividing the maximum load in newtons (or pounds-force) by the original minimum cross-sectional area of the specimen in square metres (or square inches). Express the result in pascals (or pounds-force per square inch) and report it to three

TABLE 1 Designations for Speed of Testing<sup>a</sup>

Classification <sup>a</sup>	Specimen Type	Speed of Testing, mm/min (in./min)	Nominal Strain <sup>c</sup> Rate at Start of Test, mm/mm · min (in./in. · min)
Rigid and Semirigid	I, II, III rods and tubes	5 (0.2) ± 25 %	0.1
		50 (2) ± 10 %	1
		500 (20) ± 10 %	10
	IV	5 (0.2) ± 25 %	0.15
		50 (2) ± 10 %	1.5
		500 (20) ± 10 %	15
Nonrigid	V	1 (0.05) ± 25 %	0.1
		10 (0.5) ± 25 %	1
		100 (5) ± 25 %	10
	III	50 (2) ± 10 %	1
		500 (20) ± 10 %	10
		50 (2) ± 10 %	1.5
	IV	500 (20) ± 10 %	15

<sup>a</sup> Select the lowest speed that produces rupture in ½ to 5 min for the specimen geometry being used (see 9.2).

<sup>b</sup> See Terminology D 883 for definitions.

<sup>c</sup> The initial rate of straining cannot be calculated exactly for dumbbell-shaped specimens because of extension, both in the reduced section outside the gage length and in the fillets. This initial strain rate can be measured from the initial slope of the tensile strain-versus-time diagram.

TABLE 2 Modulus, 10<sup>6</sup> psi, for Eight Laboratories, Five Materials

	Mean	S <sub>r</sub>	S <sub>R</sub>	I <sub>r</sub>	I <sub>R</sub>
Polypropylene	0.210	0.0089	0.071	0.025	0.201
Cellulose acetate butyrate	0.246	0.0179	0.035	0.051	0.144
Acrylic	0.481	0.0179	0.063	0.051	0.144
Glass-reinforced nylon	1.17	0.0537	0.217	0.152	0.614
Glass-reinforced polyester	1.39	0.0894	0.266	0.253	0.753

significant figures as tensile strength at yield or tensile strength at break, whichever term is applicable. When a nominal yield or break load less than the maximum is present and applicable, it may be desirable also to calculate, in a similar manner, the corresponding tensile stress at yield or tensile stress at break and report it to three significant figures (see Note A2.8).

11.2 *Percent Elongation*—If the specimen gives a yield load that is larger than the load at break, calculate percent elongation at yield. Otherwise, calculate percent elongation at break. Do this by reading the extension (change in gage length) at the moment the applicable load is reached. Divide that extension by the original gage length and multiply by 100. Report percent elongation at yield or percent elongation at break to two significant figures. When a yield or breaking load less than the maximum is present and of interest, it is desirable to calculate and report both percent elongation at yield and percent elongation at break (see Note A2.2).

11.3 *Modulus of Elasticity*—Calculate the modulus of elasticity by extending the initial linear portion of the load-extension curve and dividing the difference in stress corresponding to any segment of section on this straight line by the corresponding difference in strain. All elastic modulus values shall be computed using the average initial cross-sectional area of the test specimens in the calculations. The result shall be expressed in pascals (pounds-force per square inch) and reported to three significant figures.

11.4 *Secant modulus*—At a designated strain, this shall be calculated by dividing the corresponding stress (nominal) by the designated strain. Elastic modulus values are preferable and shall be calculated whenever possible. However, for

TABLE 3 Tensile Stress at Yield, 10<sup>3</sup> psi, for Eight Laboratories, Three Materials

	Mean	S <sub>r</sub>	S <sub>R</sub>	I <sub>r</sub>	I <sub>R</sub>
Polypropylene	3.63	0.022	0.161	0.062	0.456
Cellulose acetate butyrate	5.01	0.058	0.227	0.164	0.642
Acrylic	10.4	0.067	0.317	0.190	0.897

TABLE 4 Elongation at Yield, %, for Eight Laboratories, Three Materials

	Mean	S <sub>r</sub>	S <sub>R</sub>	I <sub>r</sub>	I <sub>R</sub>
Cellulose acetate butyrate	3.65	0.27	0.62	0.76	1.75
Acrylic	4.89	0.21	0.55	0.59	1.56
Polypropylene	8.79	0.45	5.86	1.27	16.5

materials where no proportionality is evident, the secant value shall be calculated. Draw the tangent as directed in A1.3 and Fig. A1.2, and mark off the designated strain from the yield point where the tangent line goes through zero stress. The stress to be used in the calculation is then determined by dividing the load-extension curve by the original average cross-sectional area of the specimen.

11.5 For each series of tests, calculate the arithmetic mean of all values obtained and report it as the "average value" for the particular property in question.

11.6 Calculate the standard deviation (estimated) as follows and report it to two significant figures:

$$s = \sqrt{(\sum X^2 - n\bar{X}^2)/(n - 1)}$$

where:

$s$  = estimated standard deviation,

$X$  = value of single observation,

$n$  = number of observations, and

$\bar{X}$  = arithmetic mean of the set of observations.

11.7 See Annex A1 for information on toe compensation.

## 12. Report

12.1 Report the following information:

12.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code numbers, form, principal dimensions, previous history, etc.,

12.1.2 Method of preparing test specimens,

12.1.3 Type of test specimen and dimensions,

12.1.4 Conditioning procedure used,

12.1.5 Atmospheric conditions in test room,

12.1.6 Number of specimens tested,

12.1.7 Speed of testing,

12.1.8 Tensile strength at yield or break, average value, and standard deviation,

12.1.9 Tensile stress at yield or break, if applicable, average value, and standard deviation,

12.1.10 Percent elongation at yield or break, or both, as applicable, average value, and standard deviation,

12.1.11 Modulus of elasticity, average value, and standard deviation, and

12.1.12 Date of test.

## 13. Precision and Bias<sup>10</sup>

13.1 Tables 2 through 6 are based on a round-robin test

<sup>10</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR:D20-1125 for the 1984 round robin and RR:D20-1170 for the 1988 round robin.



TABLE 5 Tensile Strength at Break,  $10^3$  psi, for Eight Laboratories, Five Materials<sup>A</sup>

	Mean	$S_r$	$S_R$	$I_r$	$I_R$
Polypropylene	2.97	1.54	1.65	4.37	4.66
Cellulose acetate butyrate	4.82	0.058	0.180	0.164	0.509
Acrylic	9.09	0.452	0.751	1.27	2.13
Glass-reinforced polyester	20.8	0.233	0.437	0.659	1.24
Glass-reinforced nylon	23.6	0.277	0.698	0.784	1.98

<sup>A</sup> Tensile strength and elongation at break values obtained for unreinforced propylene plastics generally are highly variable due to inconsistencies in necking or "drawing" of the center section of the test bar. Since tensile strength and elongation at yield are more reproducible and relate in most cases to the practical usefulness of a molded part, they are generally recommended for specification purposes.

TABLE 6 Elongation at Break, %, for Eight Laboratories, Five Materials<sup>A</sup>

	Mean	$S_r$	$S_R$	$I_r$	$I_R$
Glass-reinforced polyester	3.68	0.20	2.33	0.570	6.59
Glass-reinforced nylon	3.87	0.10	2.13	0.283	6.03
Acrylic	13.2	2.05	3.65	5.80	10.3
Cellulose acetate butyrate	14.1	1.87	6.62	5.29	18.7
Polypropylene	293.0	50.9	119.0	144.0	337.0

<sup>A</sup> Tensile strength and elongation at break values obtained for unreinforced propylene plastics generally are highly variable due to inconsistencies in necking or "drawing" of the center section of the test bar. Since tensile strength and elongation at yield are more reproducible and relate in most cases to the practical usefulness of a molded part, they are generally recommended for specification purposes.

TABLE 7 Tensile Yield Strength, for Ten Laboratories, Eight Materials

Material	Test Speed, in./min	Values Expressed in psi Units				
		Average	$S_r$	$S_R$	$r$	$R$
LDPE	20	1544	52.4	64.0	146.6	179.3
LDPE	20	1894	53.1	61.2	148.7	171.3
LLDPE	20	1879	74.2	99.9	207.8	279.7
LLDPE	20	1791	49.2	75.8	137.9	212.3
LLDPE	20	2900	55.5	87.9	155.4	246.1
LLDPE	20	1730	63.9	96.0	178.9	268.7
HDPE	2	4101	196.1	371.9	549.1	1041.3
HDPE	2	3523	175.9	478.0	492.4	1338.5

TABLE 8 Tensile Yield Elongation, for Eight Laboratories, Eight Materials

Material	Test Speed, in./min	Values Expressed in Percent Units				
		Average	$S_r$	$S_R$	$r$	$R$
LDPE	20	17.0	1.26	3.16	3.52	8.84
LDPE	20	14.6	1.02	2.38	2.86	6.67
LLDPE	20	15.7	1.37	2.85	3.85	7.97
LLDPE	20	16.6	1.59	3.30	4.46	9.24
LLDPE	20	11.7	1.27	2.88	3.56	8.08
LLDPE	20	15.2	1.27	2.59	3.55	7.25
HDPE	2	9.27	1.40	2.84	3.91	7.94
HDPE	2	9.63	1.23	2.75	3.45	7.71

conducted in 1984, involving five materials tested by eight laboratories using the Type I specimen, all of nominal 0.125-in. thickness. Each test result was based on five individual determinations. Each laboratory obtained two test results for each material.

13.2 Tables 7 through 10 are based on a round-robin test conducted by the polyolefin subcommittee in 1988, involving eight polyethylene materials tested in ten laboratories. For each material, all samples were molded at one source, but the individual specimens were prepared at the

TABLE 9 Tensile Break Strength, for Nine Laboratories, Six Materials

Material	Test Speed, in./min	Values Expressed in psi Units				
		Average	$S_r$	$S_R$	$r$	$R$
LDPE	20	1592	52.3	74.9	146.4	209.7
LDPE	20	1750	66.6	102.9	186.4	288.1
LLDPE	20	4379	127.1	219.0	355.8	613.3
LLDPE	20	2840	78.6	143.5	220.2	401.8
LLDPE	20	1679	34.3	47.0	95.96	131.6
LLDPE	20	2660	119.1	166.3	333.6	465.6

TABLE 10 Tensile Break Elongation, for Nine Laboratories, Six Materials

Material	Test Speed, in./min	Values Expressed in Percent Units				
		Average	$S_r$	$S_R$	$r$	$R$
LDPE	20	567	31.5	59.5	88.2	166.6
LDPE	20	569	61.5	89.2	172.3	249.7
LLDPE	20	890	25.7	113.8	71.9	318.7
LLDPE	20	64.4	6.68	11.7	18.7	32.6
LLDPE	20	803	25.7	104.4	71.9	292.5
LLDPE	20	782	41.6	96.7	116.6	270.8

laboratories that tested them. Each test result was the average of five individual determinations. Each laboratory obtained three test results for each material. Data from some laboratories could not be used for various reasons, and this is noted in each table.

13.3 In Tables 2 through 10, for the materials indicated and for test results that derived from testing five specimens

13.3.1  $S_r$  is the within-laboratory standard deviation of the average;  $I_r = 2.83 S_r$ . (See 13.3.3 for application of  $I_r$ .)

13.3.2  $S_R$  is the between-laboratory standard deviation of the average;  $I_R = 2.83 S_R$ . (See 13.3.4 for application of  $I_R$ .)

13.3.3 *Repeatability*—In comparing two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment on the same day, those test results should be judged not equivalent if they differ by more than the  $I_r$  value for that material and condition.

13.3.4 *Reproducibility*—In comparing two test results for the same material, obtained by different operators using different equipment on different days, those test results should be judged not equivalent if they differ by more than the  $I_R$  value for that material and condition. (This applies between different laboratories or between different equipment within the same laboratory.)

13.3.5 Any judgment in accordance with 13.3.3 and 13.3.4 will have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

13.3.6 Other formulations may give somewhat different results.

13.4 For further information on the methodology used in this section, see Practice E 691.

13.5 There are no recognized standards on which to base an estimate of bias for this test method.

13.6 The precision of this test method is very dependent upon the uniformity of specimen preparation, standard practices for which are covered in other documents.

## 14. Keywords

14.1 modulus of elasticity; percent elongation; plastics; tensile properties; tensile strength

# ANNEXES

(Mandatory Information)

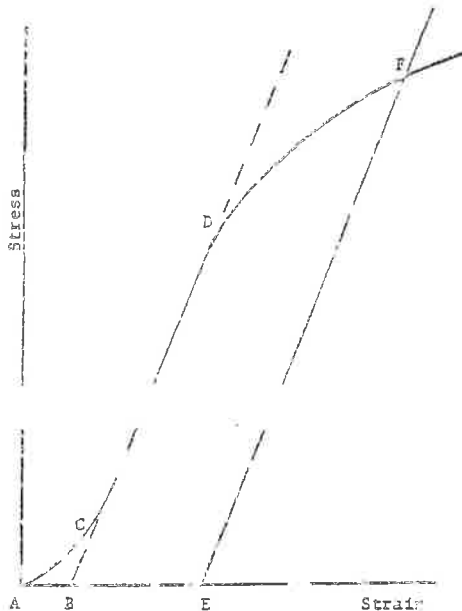
## A1. TOE COMPENSATION

A1.1 In a typical stress-strain curve (Fig. A1.1) there is a toe region, *AC*, that does not represent a property of the material. It is an artifact caused by a takeup of slack, and alignment or seating of the specimen. In order to obtain correct values of such parameters as modulus, strain, and offset yield point, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the strain or extension axis.

A1.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (Fig. A1.1), a continuation of the linear (*CD*) region of the curve is constructed through the zero-stress axis. This intersection (*B*) is the corrected zero-strain point from which all extensions or strains must be measured, including the yield offset (*BE*), if applicable. The elastic modulus can be determined by dividing the stress at

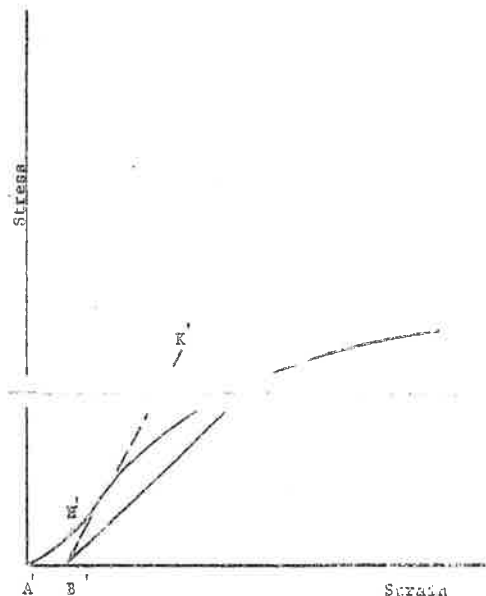
any point along the line *CD* (or its extension) by the strain at the same point (measured from Point *B*, defined as zero-strain).

A1.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (Fig. A1.2), the same kind of toe correction of the zero-strain point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection point (*H'*). This is extended to intersect the strain axis at Point *B'*, the corrected zero-strain point. Using Point *B'* as zero strain, the stress at any point (*G'*) on the curve can be divided by the strain at that point to obtain a secant modulus (slope of Line *B'G'*). For those materials with no linear region, any attempt to use the tangent through the inflection point as a basis for determination of an offset yield point may result in unacceptable error.



NOTE—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.

FIG. A1.1 Material with Hookean Region



NOTE—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.

FIG. A1.2 Material with No Hookean Region

## A2. DEFINITIONS OF TERMS RELATING TO TENSION TESTING OF PLASTICS

A2.1 *elastic limit*—the greatest stress which a material is capable of sustaining without any permanent strain remaining upon complete release of the stress. It is expressed in force per unit area, usually pounds-force per square inch (megapascals).

NOTE A2.1—Measured values of proportional limit and elastic limit vary greatly with the sensitivity and accuracy of the equipment, speed of loading, the scale to which the stress-strain diagram is plotted, and other factors. Consequently, these values are usually replaced by yield strength.

A2.2 *elongation*—the increase in length produced in the gage length of the test specimen by a tensile load. It is

expressed in units of length, usually inches (millimetres). (Also known as *extension*.)

NOTE A2.2—Elongation and strain values are valid only in cases where uniformity of specimen behavior within the gage length is present. In the case of materials exhibiting necking phenomena such values are only of qualitative utility after attainment of yield point. This is due to inability to ensure that necking will encompass the entire length between the gage marks prior to specimen failure.

A2.3 *gage length*—the original length of that portion of the specimen over which strain or change in length is determined.

A2.4 *modulus of elasticity*—the ratio of stress (nominal) to corresponding strain below the proportional limit of a

material. It is expressed in force per unit area, usually megapascals (pounds-force per square inch) (Also known as *elastic modulus* or *Young's modulus*).

NOTE A2.3—The stress-strain relations of many plastics do not conform to Hooke's law throughout the elastic range but deviate therefrom even at stresses well below the elastic limit. For such materials the slope of the tangent to the stress-strain curve at a low stress is usually taken as the modulus of elasticity. Since the existence of a true proportional limit in plastics is debatable, the propriety of applying the term "modulus of elasticity" to describe the stiffness or rigidity of a plastic has been seriously questioned. The exact stress-strain characteristics of plastic materials are very dependent on such factors as rate of stressing, temperature, previous specimen history, etc. However, such a value is useful if its arbitrary nature and dependence on time, temperature, and other factors are realized.

A2.5 *necking*—the localized reduction in cross section which may occur in a material under tensile stress.

A2.6 *offset yield strength*—the stress at which the strain exceeds by a specified amount (the offset) an extension of the initial proportional portion of the stress-strain curve. It is expressed in force per unit area, usually megapascals (pounds-force per square inch).

NOTE A2.4—This measurement is useful for materials whose stress-strain curve in the yield range is of gradual curvature. The offset yield strength can be derived from a stress-strain curve as follows (Fig. A2.1):

On the strain axis lay off  $OM$  equal to the specified offset.

Draw  $OA$  tangent to the initial straight-line portion of the stress-strain curve.

Through  $M$  draw a line  $MN$  parallel to  $OA$  and locate the intersection of  $MN$  with the stress-strain curve.

The stress at the point of intersection  $r$  is the "offset yield strength." The specified value of the offset must be stated as a percent of the original gage length in conjunction with the strength value. Example: 0.1 % offset yield strength = . . . MPa (psi), or yield strength at 0.1 % offset . . . MPa (psi).

A2.7 *percent elongation*—the elongation of a test specimen expressed as a percent of the gage length.

A2.8 *percent elongation at break and yield*:

A2.8.1 *percent elongation at break*—the percent elongation at the moment of rupture of the test specimen.

A2.8.2 *percent elongation at yield*—the percent elongation at the moment the yield point (A2.21) is attained in the test specimen.

A2.9 *percent reduction of area (nominal)*—the difference

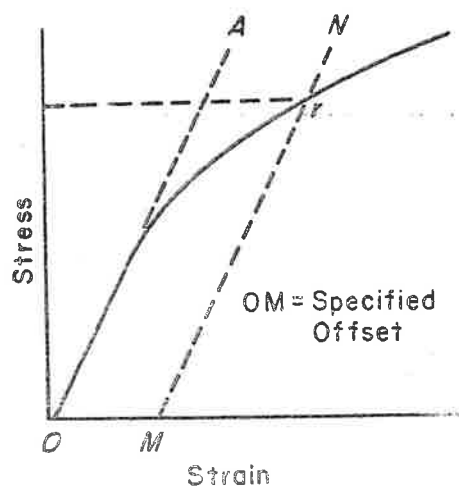


FIG. A2.1 Offset Yield Strength

between the original cross-sectional area measured at the point of rupture after breaking and after all retraction has ceased, expressed as a percent of the original area.

A2.10 *percent reduction of area (true)*—the difference between the original cross-sectional area of the test specimen and the minimum cross-sectional area within the gage boundaries prevailing at the moment of rupture, expressed as a percentage of the original area.

A2.11 *proportional limit*—the greatest stress which a material is capable of sustaining without any deviation from proportionality of stress to strain (Hooke's law). It is expressed in force per unit area, usually megapascals (pounds-force per square inch).

A2.12 *rate of loading*—the change in tensile load carried by the specimen per unit time. It is expressed in force per unit time, usually newtons (pounds-force) per minute. The initial rate of loading can be calculated from the initial slope of the load versus time diagram.

A2.13 *rate of straining*—the change in tensile strain per unit time. It is expressed either as strain per unit time, usually metres per metre (inches per inch) per minute, or percent elongation per unit time, usually percent elongation per minute. The initial rate of straining can be calculated from the initial slope of the tensile strain versus time diagram.

NOTE A2.5—The initial rate of straining is synonymous with the rate of crosshead movement divided by the initial distance between crossheads only in a machine with constant rate of crosshead movement and when the specimen has a uniform original cross section, does not "neck down," and does not slip in the jaws.

A2.14 *rate of stressing (nominal)*—the change in tensile stress (nominal) per unit time. It is expressed in force per unit area per unit time, usually megapascals (pounds-force per square inch) per minute. The initial rate of stressing can be calculated from the initial slope of the tensile stress (nominal) versus time diagram.

NOTE A2.6—The initial rate of stressing as determined in this manner has only limited physical significance. It does, however, roughly describe the average rate at which the initial stress (nominal) carried by the test specimen is applied. It is affected by the elasticity and flow characteristics of the materials being tested. At the yield point, the rate of stressing (true) may continue to have a positive value if the cross-sectional area is decreasing.

A2.15 *secant modulus*—the ratio of stress (nominal) to corresponding strain at any specified point on the stress-strain curve. It is expressed in force per unit area, usually megapascals (pounds-force per square inch), and reported together with the specified stress or strain.

NOTE A2.7—This measurement is usually employed in place of modulus of elasticity in the case of materials whose stress-strain diagram does not demonstrate proportionality of stress to strain.

A2.16 *strain*—the ratio of the elongation to the gage length of the test specimen, that is, the change in length per unit of original length. It is expressed as a dimensionless ratio.

A2.17 *tensile strength (nominal)*—the maximum tensile stress (nominal) sustained by the specimen during a tension test. When the maximum stress occurs at the yield point (A2.21), it shall be designated tensile strength at yield. When the maximum stress occurs at break, it shall be designated tensile strength at break.

A2.18 *tensile stress (nominal)*—the tensile load per unit area of minimum original cross section, within the gage boundaries, carried by the test specimen at any given moment. It is expressed in force per unit area, usually megapascals (pounds-force per square inch).

NOTE A2.8—The expression of tensile properties in terms of the minimum original cross section is almost universally used in practice. In the case of materials exhibiting high extensibility or necking, or both, (A2.15) nominal stress calculations may not be meaningful beyond the yield point (A2.21) due to the extensive reduction in cross-sectional area that ensues. Under some circumstances it may be desirable to express the tensile properties per unit of minimum prevailing cross section. These properties are called true tensile properties (that is, true tensile stress, etc.).

A2.19 *tensile stress-strain curve*—a diagram in which values of tensile stress are plotted as ordinates against corresponding values of tensile strain as abscissas.

A2.20 *true strain* (see Fig. A2.2) is defined by the following equation for  $\epsilon_T$ :

$$\epsilon_T = \int_{L_o}^L dL/L = \ln L/L_o$$

where:

$dL$  = increment of elongation when the distance between the gage marks is  $L$ ,

$L_o$  = original distance between gage marks, and

$L$  = distance between gage marks at any time.

A2.21 *yield point*—the first point on the stress-strain curve at which an increase in strain occurs without an increase in stress (Fig. A2.2).

NOTE A2.9—Only materials whose stress-strain curves exhibit a point of zero slope may be considered as having a yield point.

NOTE A2.10—Some materials exhibit a distinct “break” or discontinuity in the stress-strain curve in the elastic region. This break is not a yield point by definition. However, this point may prove useful for material characterization in some cases.

A2.22 *yield strength*—the stress at which a material exhibits a specified limiting deviation from the proportionality of stress to strain. Unless otherwise specified, this stress will be the stress at the yield point and when expressed in relation to the tensile strength shall be designated either tensile strength at yield or tensile stress at yield as required in A2.17 (Fig. A2.3). (See *offset yield strength*.)

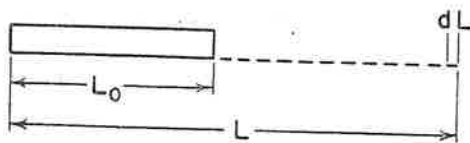


FIG. A2.2 Illustration of True Strain Equation

A2.23 *Symbols*—The following symbols may be used for the above terms:

SYMBOL	TERM
$W$	Load
$\Delta W$	Increment of load
$L$	Distance between gage marks at any time
$L_o$	Original distance between gage marks
$L_u$	Distance between gage marks at moment of rupture
$\Delta L$	Increment of distance between gage marks = elongation
$A$	Minimum cross-sectional area at any time
$A_o$	Original cross-sectional area
$\Delta A$	Increment of cross-sectional area
$A_u$	Cross-sectional area at point of rupture measured after breaking specimen
$A_T$	Cross-sectional area at point of rupture, measured at the moment of rupture
$t$	Time
$\Delta t$	Increment of time
$\sigma$	Tensile stress
$\Delta \sigma$	Increment of stress
$\sigma_T$	True tensile stress
$\sigma_U$	Tensile strength at break (nominal)
$\sigma_{UT}$	Tensile strength at break (true)
$\epsilon$	Strain
$\Delta \epsilon$	Increment of strain
$\epsilon_U$	Total strain, at break
$\epsilon_T$	True strain
$\%El$	Percentage elongation
Y.P.	Yield point
$E$	Modulus of elasticity

A2.24 Relations between these various terms may be defined as follows:

$$\sigma = W/A_o$$

$$\sigma_T = W/A$$

$$\sigma_U = W/A_o \text{ (where } W \text{ is breaking load)}$$

$$\sigma_{UT} = W/A_T \text{ (where } W \text{ is breaking load)}$$

$$\epsilon = \Delta L/L_o = (L - L_o)/L_o$$

$$\epsilon_U = (L_u - L_o)/L_o$$

$$\epsilon_T = \int_{L_o}^L dL/L = \ln L/L_o$$

$$\%El = [(L - L_o)/L_o] \times 100 = \epsilon \times 100$$

$$\text{Percent reduction of area (nominal)} = [(A_o - A_u)/A_o] \times 100$$

$$\text{Percent reduction of area (true)} = [(A_o - A_T)/A_o] \times 100$$

$$\text{Rate of loading} = \Delta W/\Delta t$$

$$\text{Rate of stressing (nominal)} = \Delta \sigma/\Delta t = (\Delta W/A_o)/\Delta t$$

$$\text{Rate of straining} = \Delta \epsilon/\Delta t = (\Delta L/L_o)\Delta t$$

For the case where the volume of the test specimen does not change during the test, the following three relations hold:

$$\sigma_T = \sigma(1 + \epsilon) = \sigma L/L_o$$

$$\sigma_{UT} = \sigma_U(1 + \epsilon_U) = \sigma_U L_u/L_o$$

$$A = A_o/(1 + \epsilon)$$